

POWERED BY **Dialog**

B3

Forming composite material - in which particles of binder are combined with particles of a prim. material with a softening temp. in excess of that of the binder

Patent Assignee: KOSLOW TECHN CORP; KOSLOW TECHNOLOGIES CORP

Inventors: KOSLOW E E

Patent Family (14 patents, 20 countries)

Patent Number	Kind	Date	Application Number	Kind	Date	Update	Type
EP 384716	A	19900829	EP 1990301826	A	19900220	199035	B
AU 199049962	A	19900830				199042	E
CA 2009240	A	19900823				199045	E
JP 3005349	A	19910111	JP 199041384	A	19900223	199108	E
ZA 199001047	A	19910130	ZA 19901047	A	19900212	199109	E
US 5019311	A	19910528	US 1989314651	A	19890223	199124	E
			US 1989455997	A	19891222		
US 5147722	A	19920915	US 1989314651	A	19890223	199240	E
			US 1989455997	A	19891222		
			US 1990571075	A	19900125		
IL 93357	A	19930404	IL 93357	A	19900212	199318	E
JP 1994060066	B2	19940810	JP 199041384	A	19900223	199430	E
KR 199311624	B1	19931216	KR 19902331	A	19900223	199443	E
EP 384716	B1	19960124	EP 1990301826	A	19900220	199609	E
DE 69024984	E	19960307	DE 69024984	A	19900220	199615	E
			EP 1990301826	A	19900220		
ES 2081923	T3	19960316	EP 1990301826	A	19900220	199618	E
CA 2009240	C	20000905	CA 2009240	A	19900202	200053	E

BEST AVAILABLE COPY

Priority Application Number (Number Kind Date): US 1990571075 A 19900125; US 1989314651 A 19890223; US 1989455997 A 19891222

Patent Details

Patent Number	Kind	Language	Pages	Drawings	Filing Notes
EP 384716	A	EN			
Regional Designated States, Original	AT BE CH DE ES FR GB GR IT LI LU NL SE				
CA 2009240	A	EN			

ZA 199001047	A	EN			
US 5147722	A	EN	27	3	C-I-P of application US 1989314651
					Division of application US 1989455997
					Division of patent US 5019311
IL 93357	A	EN			
JP 1994060066	B2	JA	28		Based on OPI patent JP 03005349
EP 384716	B1	EN	35	3	
Regional Designated States,Original	AT BE CH DE DK ES FR GB GR IT LI LU NL SE				
DE 69024984	E	DE			Application EP 1990301826
					Based on OPI patent EP 384716
ES 2081923	T3	ES			Application EP 1990301826
					Based on OPI patent EP 384716
CA 2009240	C	EN			

Alerting Abstract: EP A

In forming a composite material, binder particles are combined with particles of a prim. material with a softening temp. in excess of the softening temp. of the binder. A mixt. is made of at least 3 wt.% of binder particles between 0.1-150 microns, and prim. material particles between 0.1-3000 micron. This is heated in the absence of pressure or shear to convert the binder to the continuous phase. Pressure and shear are then applied to either immediately convert the binder to a web structure, or point bond it. Immediately thereafter the pressurized mixture is rapidly cooled below the softening pt. of the binder to retain the binder in its continuous web or point-bonded structure.

USE/ADVANTAGE - The material can be used in a wide range of applications, including moulded SS parts, filtration structures, sorbent structures, building material, etc.. @ (30pp Dwg.No.0/0)

Equivalent Alerting Abstract:

US A

Composite material prepn. comprises: (a) combining a binder material and a prim. material in a uniform mixt., where binder is present in an amt. of 3 wt.% of the mixt.; (b) treating the mixt. without forming continuous phase, by heating to a temp. between the two softening temps. of the two components, with no pressure or shear; (c) applying pressure and shear to convert a portion of the binder to a continuous webbing material in composite; and (d) rapidly cooling.

The binder comprises particles with dias. of 0.1-150 microns. The prim. material comprises particles with dias. of 0.1-300 microns, and has a softening temp. much greater than that of the binder.

USE/ADVANTAGE - Used in the prodn. of moulded stainless steel parts, filtration and sorbent structures, and abrasives etc.. @(28pp)

US A

Porous composite article comprises a matrix of 3-30 wt. % continuous thermoplastic binder phase supporting and enmeshing prim. particles of dia. 0.1-3000 microns and relatively high softening temps. The binder particles have a dia. of 0.1 to 150 microns, a softening temp. below the prim. particles, and are incapable of fibrillation under normal conditions into microfibrils of less than 10 microns dia. at room temp. The prim particles are consolidated within the matrix with the binder in the pores. The remaining pore vol. is a continuous vol. of voids. The binder material is forced into micropores and exterior voids of prim. particles having the

International Classification (Main): B29B-009/14, B29C-067/16, B29C-067/20, B32B-015/02, C04B-038/00, C08J-005/00 **(Additional/Secondary):** B01D-027/04, B22F-003/02, B22F-005/00, B29C-043/00, B29C-047/00, B29C-067/24, B29C-070/00, B32B-017/04, B32B-019/02, B32B-031/00, C04B-026/02, C04B-038/06, C08K-003/08, C08L-023/08, C08L-033/04, C08L-063/00, C08L-069/00, C08L-081/06

US Classification, Issued: 264122000, 055524000, 055527000, 156283000, 156296000, 210502100, 210503000, 210505000, 210506000, 210508000, 264DIG, 264115000, 428402000, 264122000, 428403000, 428404000, 428406000, 428407000

Original Publication Data by Authority

Australia

Publication Number: AU 199049962 A (Update 199042 E)

Publication Date: 19900830

Language: EN

Priority: US 1989314651 A 19890223 US 1989455997 A 19891222

Canada

Publication Number: CA 2009240 A (Update 199045 E)

Publication Date: 19900823

Language: EN

Priority: US 1989314651 A 19890223 US 1989455997 A 19891222|CA 2009240 C (Update 200053 E)

Publication Date: 20000905

Assignee: KOSLOW TECHNOLOGIES CORP (KOSL-N)

Inventor: KOSLOW E E

Language: EN

Application: CA 2009240 A 19900202 (Local application)

Priority: US 1989314651 A 19890223 US 1989455997 A 19891222

Original IPC: B29B-9/14(A)

Current IPC: B29B-9/14(A)

Germany

Publication Number: DE 69024984 E (Update 199615 E)

Publication Date: 19960307

Assignee: KOSLOW TECHN CORP (KOSL-N)

Inventor: KOSLOW E E

Language: DE

Application: DE 69024984 A 19900220 (Local application) EP 1990301826 A 19900220 (Application)

Priority: US 1989314651 A 19890223 US 1989455997 A 19891222

Related Publication: EP 384716 A (Based on OPI patent)

Original IPC: B29C-67/20(A) B29C-67/24(B) B29C-70/00(B)

Current IPC: B29C-67/20(A) B29C-67/24(B) B29C-70/00(B)

European Patent Office

Publication Number: EP 384716 A (Update 199035 B)

Publication Date: 19900829

****Verfahren zur Herstellung von Werkstoffen und nach diesem Verfahren hergestellte Werkstoffe**

Process for the production of materials and materials produced by the process
Procede pour la production de materiaux et ces materiaux eux-memes**

Assignee: KOSLOW TECHNOLOGIES CORPORATION, 180 Osborne Street, Bridgeport, Connecticut 06605, US (KOSL-N)

Inventor: Koslow, Evan E., 72 Old Road, Westport, CT 06880, US

Agent: Perry, Robert Edward, GILL JENNINGS EVERY 53-64 Chancery Lane, London WC2A 1HN, GB

Language: EN

Application: EP 1990301826 A 19900220 (Local application)

Priority: US 1989314651 A 19890223 US 1989455997 A 19891222

Designated States: (Regional Original) AT BE CH DE ES FR GB GR IT LI LU NL SE

Original IPC: B01D-27/04 B22F-3/02 B29B-9/14 B29C-43/00 B29C-47/00 B29C-67/16 B32B-31/00

C04B-26/02 C08K-3/08 C08L-23/08 C08L-33/04 C08L-63/00 C08L-69/00 C08L-81/06

Current IPC: B01D-27/04 B22F-3/02 B29B-9/14 B29C-43/00 B29C-47/00 B29C-67/16 B32B-31/00

C04B-26/02 C08K-3/08 C08L-23/08 C08L-33/04 C08L-63/00 C08L-69/00 C08L-81/06

Original Abstract: A method of forming a composite material by providing a quantity of first particles of a binder material and a quantity of second particles of a primary material having a softening temperature substantially in excess of the softening temperature of the binder material. The first and second quantities of particles are combined into a substantially uniform mixture. The uniform mixture is heated in the absence of pressure or shear sufficient to convert the binder particles, to a temperature substantially above the softening point of the binder material but less than the softening temperature of the primary material. Thereafter, pressure and shear are applied to the heated mixture sufficient substantially immediately to convert at least a portion of the binder material particles into a substantially continuous webbing structure or force the formation of point-bonds. Substantially immediately after formation of the binder particles into this unique structure, the mixture is rapidly cooled to below the softening point of the binder material to retain the converted binder material in its continuous form or forced point-bonded condition. This produces the composite material composed of primary particles, a binder resin phase forming a continuous web matrix or point bonds, and a volume of empty pores. Also disclosed are products formed by the method.

Claim: In forming a composite material, binder particles are combined with particles of a prim. material with a softening temp. in excess of the softening temp. of the binder. A mixt. is made of at least 3 wt.% of binder particles between 0.1-150 microns, and prim. material particles between 0.1-3000 micron. This

is heated in the absence of pressure or shear to convert the binder to the continuous phase. Pressure and shear are then applied to either immediately convert the binder to a web structure, or point bond it. Immediately thereafter the pressurized mixture is rapidly cooled below the softening pt. of the binder to retain the binder in its continuous web or point-bonded structure. EP 384716 B1 (Update 199609 E)

Publication Date: 19960124

****Verfahren zur Herstellung von Werkstoffen und nach diesem Verfahren hergestellte Werkstoffe**
 Process for the production of materials and materials produced by the process Procédé pour la production de matériaux et ces matériaux eux-mêmes**

Assignee: KOSLOW TECHNOLOGIES CORPORATION, 180 Osborne Street, Bridgeport, Connecticut 06605, US (KOSL-N)

Inventor: Koslow, Evan E., 72 Old Road, Westport, CT 06880, US

Agent: Perry, Robert Edward, GILL JENNINGS EVERY Broadgate House 7 Eldon Street, London EC2M 7LH, GB

Language: EN (35 pages, 3 drawings)

Application: EP 1990301826 A 19900220 (Local application)

Priority: US 1989314651 A 19890223 US 1989455997 A 19891222

Designated States: (Regional Original) AT BE CH DE DK ES FR GB GR IT LI LU NL SE

Original IPC: B29C-67/20(A) B29C-67/24(B) B29C-70/00(B)

Current IPC: B29C-67/20(A) B29C-67/24(B) B29C-70/00(B)

Claim: * 1. Verfahren zur Herstellung von Verbundmaterial umfassend, dass man eine Mischung aus teilchenförmigen Materialien mit verschiedenen Erweichungstemperaturen erwärmt, dadurch gekennzeichnet, dass man eine im wesentlichen gleichförmige Mischung aus mindestens 3 Gew.-% eines Bindemittelmaterials in Form von Teilchen mit einem Durchmesser zwischen 0,1 und 150 microm und einem Grundmaterial mit einer Erweichungstemperatur, die wesentlich höher ist als die Erweichungstemperatur des Bindemittelmaterials, in Form von Teilchen (10 oder 16) mit einem Durchmesser zwischen 0,1 und 3000 microm, bildet; die im wesentlichen gleichförmige Mischung in Abwesenheit von solchem Druck oder solcher Scherspannung, die ausreichen, die Bindemittelteilchen in eine kontinuierliche Phase umzuwandeln, auf eine Temperatur erwärmt, die wesentlich über der Erweichungstemperatur des Bindemittelmaterials, aber unter der Erweichungstemperatur des Grundmaterials liegt; auf die erwärmte Mischung ausreichend Druck und Scherspannung ausübt, dass entweder zumindest ein Teil der Bindemittelmaterialteilchen im wesentlichen sofort in eine im wesentlichen kontinuierliche Bahnstruktur (12) umgewandelt wird oder die Teilchen des Grundmaterials durch das Bindemittelmaterial punktförmig gebunden werden und im wesentlichen sofort danach schnell die unter Druck gesetzte Mischung unter die Erweichungstemperatur des Bindemittelmaterials abkühlt und dadurch das umgewandelte Bindemittelmaterial in der Struktur als kontinuierliche Bahn oder punktförmig gebunden bewahrt. * 1. A method of forming a composite material comprising heating a mixture of particulate materials having different softening temperatures characterised by: forming a substantially uniform mixture of at least 3% by weight of a binder material in the form of particles between 0.1 and 150 microm in diameter, and a primary material, having a softening temperature substantially greater than the softening temperature of the binder material, in the form of particles (10 or 16) between 0.1 and 3000 microm in diameter; heating the substantially uniform mixture, in the absence of pressure or shear sufficient to convert the binder particles into a continuous phase, to a temperature substantially above the softening temperature of the binder material but below the softening temperature of the primary material; applying to the heated mixture sufficient pressure and shear that either at least a portion of the binder material particles is substantially immediately converted into a substantially continuous web (12) structure or the particles of the primary material are point-bonded by the binder material; and substantially immediately thereafter, rapidly cooling the pressurised mixture to below the softening point of the binder material, and thereby retaining the converted binder material in its continuous web or point-bonded structure.

Spain

Publication Number: ES 2081923 T3 (Update 199618 E)
Publication Date: 19960316
Assignee: KOSLOW TECHN CORP (KOSL-N)
Language: ES
Application: EP 1990301826 A 19900220 (Application)
Priority: US 1989314651 A 19890223 US 1989455997 A 19891222
Related Publication: EP 384716 A (Based on OPI patent)
Original IPC: B29C-67/20(A) B29C-67/24(B) B29C-70/00(B)
Current IPC: B29C-67/20(A) B29C-67/24(B) B29C-70/00(B)

Israel

Publication Number: IL 93357 A (Update 199318 E)
Publication Date: 19930404
Assignee: KOSLOW TECHN CORP (KOSL-N)
Language: EN
Application: IL 93357 A 19900212 (Local application)
Priority: US 1989314651 A 19890223 US 1989455997 A 19891222
Original IPC: B29C-67/16(A) B29B-9/14(B) B29C-43/00(B) B29C-47/00(B) B32B-31/00(B)
Current IPC: B29C-67/16(A) B29B-9/14(B) B29C-43/00(B) B29C-47/00(B) B32B-31/00(B)

Japan

Publication Number: JP 3005349 A (Update 199108 E)
Publication Date: 19910111
Language: JA
Application: JP 199041384 A 19900223 (Local application)
Priority: US 1989314651 A 19890223 US 1989455997 A 19891222|JP 1994060066 B2 (Update 199430 E)
Publication Date: 19940810
Assignee: KOSLOW TECHN CORP (KOSL-N)
Inventor: KOSLOW E E
Language: JA (28 pages)
Application: JP 199041384 A 19900223 (Local application)
Priority: US 1989314651 A 19890223 US 1989455997 A 19891222
Related Publication: JP 03005349 A (Based on OPI patent)
Original IPC: C04B-38/00(A) B22F-3/02(B) B22F-5/00(B) B29C-43/00(B) B29C-47/00(B) C04B-26/02(B) C04B-38/06(B)
Current IPC: C04B-38/00(A) B22F-3/02(B) B22F-5/00(B) B29C-43/00(B) B29C-47/00(B) C04B-26/02(B) C04B-38/06(B)

Republic of Korea

Publication Number: KR 199311624 B1 (Update 199443 E)
Publication Date: 19931216
Assignee: KOSLOW TECHN CORP; US (KOSL-N)
Language: KO
Application: KR 19902331 A 19900223 (Local application)
Priority: US 1989314651 A 19890223 US 1989455997 A 19891222
Original IPC: C08J-5/00(A) B29C-67/16(B) C04B-26/02(B)
Current IPC: C08J-5/00(A) B29C-67/16(B) C04B-26/02(B)

United States

Publication Number: US 5019311 A (Update 199124 E)

Publication Date: 19910528

****Process for the production of materials characterized by a continuous web matrix or force point bonding****

Assignee: Koslow Technologies Corporation

Inventor: Koslow, Evan E., CT, US

Agent: Parmelee, Bollinger Bramblett

Language: EN

Application: US 1989314651 A 19890223 US 1989455997 A 19891222 (Local application)

Original IPC: B01D-27/04 B32B-31/00

Current IPC: B01D-27/04(A) B32B-31/00

Original US Class (main): 264122

Original US Class (secondary): 55524 55527 156283 156296 210502.1 210503 210505 210506 210508 264DIG.048 264115

Original Abstract: A method of forming a composite material by providing a quantity of first particles of a binder material and a quantity of second particles of a primary material having softening temperature substantially in excess of the softening temperature of the binder material. The first and second quantities of particles are combined into a substantially uniform mixture. The uniform mixture is heated in the absence of pressure or shear sufficient to convert the binder particles, to a temperature substantially above the softening point of the binder material but less than the softening temperature of the primary material. Thereafter, pressure and shear are applied to the heated mixture sufficient substantially immediately to convert at least a portion of the binder material particles into a substantially continuous webbing structure or force the formation of point-bonds. Substantially immediately after formation of the binder particles into this unique structure, the mixture is rapidly cooled to below the softening point of the binder material to retain the converted binder material in its continuous form or forced point-bonded condition. This produces the composite material composed of primary particles, a binder resin phase forming a continuous web matrix or point bonds, and a volume of empty pores. Also disclosed are products formed by the method. |US 5147722 A (Update 199240 E)

Publication Date: 19920915

****Process for the production of materials and materials produced by the process****

Assignee: Koslow Technologies Corporation (KOSL-N)

Inventor: Koslow, Evan E., CT, US

Agent: Parmelee, Bollinger Bramblett

Language: EN (27 pages, 3 drawings)

Application: US 1989314651 A 19890223 (C-I-P of application) US 1989455997 A 19891222 (Division of application) US 1990571075 A 19900125 (Local application)

Related Publication: US 5019311 A (Division of patent)

Original IPC: B32B-15/02(A) B32B-17/04(B) B32B-19/02(B)

Current IPC: B32B-15/02(A) B32B-17/04(B) B32B-19/02(B)

Original US Class (main): 428402

Original US Class (secondary): 264122 428403 428404 428406 428407

Original Abstract: A method of forming a composite material by providing a quantity of first particles of a binder material and a quantity of second particles of a primary material having a softening temperature substantially in excess of the softening temperature of the binder material. The first and second quantities of particles are combined into a substantially uniform mixture. The uniform mixture is heated in the absence of pressure or shear sufficient to convert the binder particles, to a temperature substantially above the softening point of the binder material but less than the softening temperature of the primary material. Thereafter, pressure and shear are applied to the heated mixture sufficient substantially immediately to convert at least a portion of the binder material particles into a substantially continuous webbing structure or force the formation of point-bonds. Substantially immediately after formation of the binder particles into this unique structure, the mixture is rapidly cooled to below the softening point of the binder material to retain the converted binder material in its continuous form or

forced point-bonded condition. This produces the composite material composed of primary particles, a binder resin phase forming a continuous web matrix or point bonds, and a volume of empty pores. Also disclosed are products formed by the method.

South Africa

Publication Number: ZA 199001047 A (Update 199109 E)

Publication Date: 19910130

Language: EN

Application: ZA 19901047 A 19900212 (Local application)

Priority: US 1989314651 A 19890223 US 1989455997 A 19891222

Derwent World Patents Index

© 2006 Derwent Information Ltd. All rights reserved.

Dialog® File Number 351 Accession Number 5267728



①⑨ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ Übersetzung der
europäischen Patentschrift

⑧⑦ EP 0 384 716 B1

⑩ **DE 690 24 984 T 2**

⑤① Int. Cl.⁶:
B 29 C 67/20
B 29 C 70/00
B 29 C 67/24

②① Deutsches Aktenzeichen:	690 24 984.5
⑧⑥ Europäisches Aktenzeichen:	90 301 826.5
⑧⑥ Europäischer Anmeldetag:	20. 2. 90
⑧⑦ Erstveröffentlichung durch das EPA:	29. 8. 90
⑧⑦ Veröffentlichungstag der Patenterteilung beim EPA:	24. 1. 96
④⑦ Veröffentlichungstag im Patentblatt:	13. 6. 96

DE 690 24 984 T 2

③⑩ Unionspriorität: ③② ③③ ③①

23.02.89 US 314651

22.12.89 US 455997

⑦③ Patentinhaber:

Koslow Technologies Corp., Bridgeport, Conn., US

⑦④ Vertreter:

Dr. M. Wallinger, Dr. J. Kroher, Dipl.-Ing. W. Strobel,
80336 München

⑧④ Benannte Vertragsstaaten:

AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IT, LI, LU, NL,
SE

⑦② Erfinder:

Koslow, Evan E., Westport, CT 06880, US

⑥④ Verfahren zur Herstellung von Werkstoffen und nach diesem Verfahren hergestellte Werkstoffe

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patentamt inhaltlich nicht geprüft.

DE 690 24 984 T 2

I

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Verbundmaterials gemäß dem Oberbegriff von Anspruch 1, eine Verbundzusammensetzung gemäß dem Oberbegriff von Anspruch 32 und eine Zusammensetzung nach dem Oberbegriff von Anspruch 33.

Insbesondere betrifft die Erfindung ein Verfahren zur Herstellung einer großen Anzahl von bisher nicht erhältlichen Verbundmaterialien mit einer kontinuierlichen polymeren Phase oder einer verfestigten Verbundstruktur mit erzwungenen punktförmigen Bindungen. Teilchenförmiges Bindemittelmateriale wird mit teilchenförmigem Grundmaterial vermischt. Die diskontinuierlichen Teilchen werden dann dazu gebracht, eine Matrix in Form einer kontinuierlichen Bahn oder mit erzwungenen punktförmigen Bindungen zu bilden mit ungewöhnlicher Struktur und mechanischer Festigkeit unter den richtigen Bedingungen bezüglich Wärme, Druck und Scherspannung.

II

Stand der Technik

Eine bekannte Literaturstelle oder Patentschrift, die ein Verfahren beschreibt, das als etwas oder entfernt der vorliegenden Erfindung ähnlich betrachtet werden könnte, ist das US-Patent US-A-3,796,778 von Gallacher. Die Offenbarung des Gallacher-Patentes ist auf die Herstellung einer porösen Matte zur Verwendung als künstliches Leder oder Gewebe, als poröses Substrat in Batterien oder Brennstoffzellen, als industrielle Membran, als Verband etc., gerichtet.

Gallacher beschreibt ein langsames Verfahren, bei dem Mikroteilchen aus einem thermoplastischen Material mit einem niedrigen Schmelzpunkt mit einem zweiten Pulver vermischt werden, das aus einem Kunststoff mit einem hohen Schmelzpunkt besteht. Diese Mischung wird dann erwärmt und intensiv viele Minuten lang mit Scherspannung bearbeitet, gewöhnlich unter Verwendung einer Walzenmühle. Gallacher lehrt überhaupt keine Einstellung der Betriebsbedingungen, wodurch angewendete Wärme, Scherspannung und angewendeter Druck beeinflusst werden. Er offenbart ein langsames, intensives Scherverfahren bei niedrigen Temperaturen und bei sehr hohen Konzentrationen von Bindemittelharz.

Nach der Erzeugung von Fasern aus den Bindemittelteilchen löst Gallacher die nicht zerfaserte Komponente aus Grundkunststoffteilchen, was ein Netzwerk von Bindemittelfasern mit hoher Porosität und Zugfestigkeit

zurückläßt. Dieses Verfahren ist spezifisch zugeschnitten für die Herstellung von Strukturen mit hoher Porosität, die aus Bindemittelharzfasern zusammengesetzt sind. Außerdem verwendet Gallacher einen hohen Bindemittelharzgehalt, da er dichte Fasermatten wünscht.

Gallacher wendet in den spezifischen Beispielen Druck nur nach der Bildung der Fasern an, um eine dünnere Folie von Material zu erzeugen. Er wendet nicht intensiven Druck zusammen mit Scherspannung nur nach dem Erhitzen an. Außerdem dauert es mehrere Minuten, bis das Gallacher-Verfahren eine Faserstruktur erzeugt, die dann verdichtet wird, um sie dünner zu machen.

Gallacher konzentriert sich auf die Erzeugung von Fasermatten aus Bindemittelharz und vernachlässigt die nicht zerfaserten Teilchen. Sein Interesse ist auf Grundteilchen gerichtet, die aus der Struktur gelöst werden können, damit die Fasermatte aus Bindemittelharz zurückbleibt. Die Verwendung von Lösungsmitteln, um die Grundmaterialteilchen zu entfernen, ist eine bezüglich der Umwelt unannehmbare Praxis. Die Offenbarung ist beschränkt auf Walz-, Mahl- oder Extrusionsverfahren unter hoher Scherspannung und auf dünne Strukturen, da diese bevorzugten Verfahren und diese bevorzugte Ausstattung keine großen Formen oder Massenextrusionen erzeugen können, eine Hauptbeschränkung dieses Verfahrens.

Gallacher schlägt das Zurückhalten der Grundmaterialteilchen unter Bildung einzigartiger Materialien nicht vor. Somit konnte er keines der Produkte oder Endprodukte, wie Ionenaustauschpatronen, Filtermedien aus rostfreiem Stahl, Membranträger, geformte Filter etc. herstellen, die mögliche Produkte der vorliegenden Erfindung sind, die unter Verwendung von Temperaturen erzeugt werden, die wesentlich höher sind, als der Schmelzpunkt des Bindemittelharzes. Gallacher empfiehlt Temperaturen, die beträchtlich unter diesen Temperaturen liegen und wendet statt dessen Temperaturen an, die ungefähr gleich sind dem Schmelzpunkt des Bindemittelharzes.

Zusätzlich zu Gallacher wird in einem weiteren US-Patent eine "Punktbindungs"-Technik offenbart. Dies ist das US-Patent US-A-4,664,683 von Degen und Gsell. Jedoch erzeugt das in diesem Patent offenbarte Verfahren nicht die einzigartigen Strukturen, die für die vorliegende Erfindung kennzeichnend sind und die angewendeten Temperaturen, Drücke und Scherspannungen während des Verfahrens sind völlig verschieden von denen, die erforderlich sind, um die kontinuierliche Polymerphase und die

erzwungene punktförmige Bindung der vorliegenden Erfindung zu erzeugen. Die Technologie von Degen et al. ist hauptsächlich ein Diffusions-Verbindungs-Verfahren bei niedriger Temperatur.

US-Patent US-A-4,664,683 ist spezifisch auf die Punktbindung von Whetlerite oder ASC, Aktivkohle, gerichtet, die hauptsächlich verwendet wird, um chemische Kampfmittel abzuwehren. Ähnlich imprägnierte Kohlenstoffe werden manchmal zum Schutz von Industriearbeitern vor toxischen Gasen mit niedrigem Molekulargewicht verwendet. Das Verfahren, das in diesem Patent offenbart wird, scheint im wesentlichen identisch zu sein mit dem, das von Norit Carbon in den Niederlanden zur Herstellung von Norithene (ein eingetragenes Warenzeichen von Norit Carbon) verwendet wird, das aus punktförmig gebundener Aktivkohle zusammengesetzt ist, die zu Folien geformt wird.

Das von Degen et al. offenbarte Kompressionsausmaß ist äußerst gering, 0,02 bis 0,689 bar (0,3 bis 10 psi), am meisten bevorzugt maximal 2,76 bar (40 psi). Somit werden Verfahrensbedingungen beschrieben, die beträchtlich außerhalb des bei der vorliegenden Erfindung verwendeten Kompressionsbereiches liegen, der 27,58 bis 68,95 bar (400 bis 1000 psi) für körnige Materialien (d.h. 10 bis 50 Mesh) und ungefähr 551,6 bar (8000 psi) oder mehr für Pulver (typischerweise 100 bis 600 Mesh) ist. Ohne solch höhere Drücke werden die Bindemittelharze nicht aktiviert und die mit der vorliegenden Erfindung erzeugten neuen Strukturen sind nicht erhältlich.

Degen et al. beschreiben in US-Patent US-A-4,664,683 auch ein Verfahren unter Verwendung einer Temperatur von ungefähr 135°C (275°F), die allgemein unter der Temperatur liegt, die bei der vorliegenden Erfindung erforderlich ist, um die gewünschten neuen Strukturen zu erreichen. Die Bildung einer neuen kontinuierlichen Polymerphase oder einer erzwungenen punktförmigen Bindung gemäß der vorliegenden Erfindung tritt gewöhnlich bei dem Harz mit dem niedrigsten Schmelzpunkt, das verfügbar ist, Ethylen-Vinylacetat-Copolymer (EVA) bei 145°C auf, sogar für kleine Massenformen und ist optimal im Bereich von 165 bis 210°C. Die Temperaturen, die für das erfindungsgemäße Verfahren erforderlich sind, sind daher wesentlich höher als die, die für ein Diffusions-Bindungs-Verfahren, wie von Degen et al. beschrieben, erforderlich sind, sogar für das Bindemittelharz mit dem niedrigsten Schmelzpunkt. Degen et al. lehren die Verwendung von Temperaturen, die nur ausreichen, um ein Erweichen des

Bindemittels zu erzeugen, da sie eine Punktbindung wollen und keine dramatischere Umwandlung des thermoplastischen Bindemittels in eine andere physikalische Form.

Nach der Offenbarung von Degen et al. wird ein geringer Kompressionsgrad auf die Aktivkohle angewendet und dann wird erwärmt. Bei diesem Verfahren wird die Kohlen stoffmasse wenig komprimiert und verfestigt vor der Anwendung von Wärme und der Bildung von punktförmigen Bindungen. Daher gibt es keine potentielle Anwendung von Scherspannung während des Erwärmens, die sich für das erfindungsgemäße Verfahren als kritische Bedingung erwiesen hat. Das erfindungsgemäße Verfahren erfordert die gleichzeitige Anwendung von Scherspannung und Druck nach der Erwärmung der Mischung. Das Punktverbindungsverfahren von Degen et al. dreht diese Reihenfolge um, indem die Mischung verdichtet wird, während sie kalt ist und dann Wärme angewendet wird, um die Temperatur auf einen Punkt zu erhöhen, der nicht ausreicht, um die Bildung einer kontinuierlichen polymeren Phase oder einer Struktur mit erzwungener punktförmiger Bindung zu erzeugen.

Das von Degen et al. beschriebene Punktverbindungsverfahren kann nicht auf feine Pulver angewendet werden, wegen des schnellen Anstiegs der Menge an Bindemittelharzpulver, die erforderlich ist, um eine Punktbindung bei Pulvern zu erreichen. Dies beruht auf der enormen Größe der zu bindenden Pulveroberfläche. Das Verfahren von Degen et al. ist daher auf grobe körnige Kohlenstoffe beschränkt, während die vorliegende Erfindung wirksam angewendet werden kann für Pulver, die sich aus Teilchen zusammensetzen, die nur einen Durchmesser von 1 μ m haben.

Ein weiteres Patent des Standes der Technik, das der gleichen Firma übertragen wurde, wie das Patent von Degen et al., ist US-Patent US-A-4,687,573 von J.D. Miller und M.G. Verrando. Dieses Patent beschreibt die Immobilisierung von Sorbentien, um die Verflüssigung der Teilchen innerhalb von absorbierenden Systemen zu verhindern. Eine der Hauptbeschränkungen aller Sorbenssysteme besteht darin, daß sie unterhalb der Geschwindigkeit betrieben werden müssen, die zu einer Verflüssigung des Sorbens und einem Verlust der Stufentrennung und möglicherweise einem wesentlichen Anstieg des Verschleißes führen würden. Miller et al. offenbaren ein System, bei dem ein Sorbens immobilisiert wird, um diese Beschränkung im wesentlichen auszuräumen. Das Immobilisierungsverfahren hat keine Ähnlichkeit mit dem Verfahren der vorliegenden Erfindung.

US-Patent US-A-3,864,124 von E.J. Breton, J.D. Wolf und D. Worden ist typisch für eine Anzahl ähnlicher Patente, die die Verwendung von Polytetrafluorethylen (PTFE) offenbaren, um nicht zerfaserndes Material zu immobilisieren. Jedoch steht keines dieser Patente mit dem Verfahren der vorliegenden Erfindung in Beziehung. Viele verschiedene Produkte werden hergestellt unter Verwendung einer von mehreren Variationen des in diesem Patent beschriebenen Verfahrens. Alle basieren auf der Immobilisierung von Pulvern innerhalb einer Matrix aus PTFE-Fasern, die durch in situ-Fibrillierung erzeugt wird. PTFE ist so teuer, daß diese Technik ausgeschlossen ist für alle Produkte außer solchen mit sehr hohem Wert. Auch ist PTFE einmalig darin, daß es ohne Erwärmen oder Anwendung von wesentlichem Druck spleißt, sondern nur durch Scherspannung und Zug alleine. Ein solches Verfahren wird verwendet, um Membranen, poröse Batterieelektroden aus Kohlenstoff und andere Materialien herzustellen.

Das vorhergehende Verfahren unter Verwendung von PTFE ist kompliziert und zeitaufwendig und betrifft die Erzeugung von feinen Fasern durch mechanische Bearbeitung und Anwendung von Scherspannung auf PTFE und die Teilchen. PTFE erzeugt äußerst toxische Stäube, wenn es auf Metallsinterungstemperatur gebracht wird und stellt daher ein beträchtliches Umwelt- und Gesundheitsproblem dar, wenn es verwendet wird, um Metallteilchen zu immobilisieren. Die PTFE-Bindemittelteilchen sind 50 bis 560 µm groß, was im allgemeinen viel größer ist, als die bei dem erfindungsgemäßen Verfahren verwendeten Bindemittelteilchen. Der Zeitraum, der erforderlich ist, um diese Teilchen in Fasern umzuwandeln, ist erheblich im Vergleich zu dem erfindungsgemäßen Verfahren, das oft in weniger als einer Sekunde abgeschlossen ist. Das PTFE-Verfahren kann nur ein dünnes Folienprodukt erzeugen und kann nicht allgemein verwendet werden, um dicke Strukturen zu bilden. Es kann nicht verwendet werden, um extrudierte oder geformte Produkte herzustellen.

Ähnliche Methoden zur Herstellung von immobilisierten Materialien unter Verwendung von kalt bearbeitetem PTFE werden in US-Patent US-A-4,379,772 von F. Solomon und C. Grun für die Herstellung von hydrophoben Batterieelektroden und in der Europäischen Patentanmeldung EP-A-0056724 (P. Bernstein et al., MPD Technology Corporation, 28. Juli 1982) für die Immobilisierung von hydridbildenden Teilchen, die zur Speicherung von Wasserstoff geeignet sind, offenbart.

Eines der in der Literatur zur Herstellung von anorganischen Hohlfasern beschriebene Verfahren ist das Verfahren, das in den US-Patenten US-A-4,222,977 von Dobo und US-A-4,329,157 von Dobo und Graham beschrieben wird. Dobo beschreibt ein Verfahren, das die Dispersion eines feinen Pulvers, z.B. eines Metalloxids oder Metallpulvers, in einem faserbildenden Polymer und die Extrusion dieser Suspension auf Polymerbasis durch einen üblichen Hohlfaserextruder betrifft. Das Sintern der entstehenden Struktur führt zur Herstellung von feinen porösen oder nicht porösen metallischen Hohlfasern. Obwohl das Verfahren scheinbar im Labor gezeigt wurde, scheint es nicht in Produktion gegangen zu sein. Das Verfahren, das von Dobo beschrieben wurde, hat keine Beziehung zu dem erfindungsgemäßen Verfahren.

CH-A-365871 offenbart gesinterte Körper und ein Verfahren zur Herstellung derselben. Das Verfahren umfaßt, daß man ein pulverförmiges Material auf die Sintertemperatur erwärmt, so daß die Pulverkörner miteinander nur an bestimmten "Sinter"-Stellen gesintert werden. Anschließend werden die Sinterstellen in fadenartige Form ausgezogen durch ein Verstrecken der Mischung bei der Sintertemperatur. Die offenbarten gesinterten Körper können erhalten werden unter Verwendung von pulverförmigen Mischungen aus mindestens zwei Materialien mit verschiedenen Erweichungspunkten. Gesinterte Körper dieser Art sollen eine bevorzugte Richtung haben, in der sie verbesserte Eigenschaften aufweisen im Vergleich zu anderen Richtungen.

III

Zusammenfassung der Erfindung

Gemäß einem ersten Aspekt der vorliegenden Erfindung wird ein Verfahren zur Herstellung eines Verbundmaterials bereitgestellt, das umfaßt, daß man eine Mischung aus teilchenförmigen Materialien mit verschiedenen Erweichungstemperaturen erwärmt, das dadurch gekennzeichnet ist, daß man:

eine im wesentlichen gleichförmige Mischung aus mindestens 3 Gew.-% eines Bindemittelmaterials in Form von Teilchen mit einem Durchmesser von 0,1 bis 150 µm und einem Grundmaterial mit einer Erweichungstemperatur, die wesentlich größer ist, als die Erweichungstemperatur des Bindemittelmaterials, in Form von Teilchen mit einem Durchmesser von 0,1 bis 3000 µm bildet; die im wesentlichen gleichförmige Mischung in Abwesenheit von solchem Druck oder solcher Scherspannung, die ausreichen, um die

Bindemittelteilchen in eine kontinuierliche Phase umzuwandeln, auf eine Temperatur erwärmt, die wesentlich über der Erweichungstemperatur des Bindemittelmaterials aber unter der Erweichungstemperatur des Grundmaterials liegt; auf die erwärmte Mischung ausreichend Druck und Scherspannung ausübt, daß entweder zumindest ein Teil der Bindemittelmaterialteilchen im wesentlichen sofort in eine im wesentlichen kontinuierliche Bahnstruktur umgewandelt wird oder die Teilchen des Grundmaterials durch das Bindemittelmaterial punktförmig gebunden werden, und im wesentlichen sofort danach schnell die unter Druck gesetzte Mischung unter die Erweichungstemperatur des Bindemittelmaterials abkühlt und dadurch das umgewandelte Bindemittelmaterial in der Struktur als kontinuierliche Bahn oder punktförmig gebunden bewahrt.

Gemäß einem zweiten Aspekt der vorliegenden Erfindung wird eine Verbundzusammensetzung bereitgestellt, die eine Matrix aus teilchenförmigen Materialien mit unterschiedlichen Erweichungstemperaturen umfaßt, wobei die Matrix ein im wesentlichen kontinuierliches Bindemittelmaterial umfaßt, das Teilchen aus einem Grundmaterial trägt und umgibt, wobei die Grundmaterialteilchen in Form einer gleichmäßigen Matrix vorliegen, die dadurch gekennzeichnet ist, daß das Bindemittel aus einem Bindemittelmaterial erhältlich ist, das im wesentlichen unter normalen Bedingungen nicht in Mikrofasern mit einem Durchmesser von weniger als 10 µm bei Raumtemperatur gespleißt werden kann und eine Erweichungstemperatur hat, die wesentlich unter der Erweichungstemperatur der Grundmaterialteilchen liegt, so daß beim Erwärmen einer im wesentlichen gleichförmigen Mischung aus Bindemittel und Grundmaterial auf eine Temperatur oberhalb der Erweichungstemperatur des Bindemittelmaterials aber unter der des Grundmaterials nur das Bindemittelmaterial in eine kontinuierliche Phase umgewandelt wird und daß das kontinuierliche Bindemittelmaterial als verdünntes Material innerhalb der Poren zwischen den Grundmaterialteilchen vorhanden ist, wobei der Rest des Porenvolumens leer und kontinuierlich oder diskontinuierlich ist.

Gemäß einem dritten Aspekt der vorliegenden Erfindung wird eine Zusammensetzung bereitgestellt, die eine Matrix aus teilchenförmigen Materialien mit unterschiedlichen Erweichungstemperaturen umfaßt, die erhältlich ist mit dem oben beschriebenen Verfahren, die Teilchen aus einem Grundmaterial in Form einer gleichförmigen Matrix aufweist und dadurch gekennzeichnet ist, daß geschmolzenes und wieder verfestigtes

Bindemittelmaterial in äußeren Hohlräumen an der Oberfläche der Grundmaterialteilchen vorhanden ist in Form von erzwungenen punktförmigen Bindungen zwischen diesen Teilchen, wobei das Bindemittelmaterial eine Erweichungstemperatur hat, die wesentlich unter der Erweichungstemperatur der Grundmaterialteilchen liegt, so daß beim Erwärmen einer im wesentlichen gleichförmigen Mischung aus Bindemittel und Grundmaterial auf eine Temperatur oberhalb der Erweichungstemperatur des Bindemittelmaterials aber unterhalb der des Grundmaterials nur das Bindemittelmaterial in eine kontinuierliche Phase umgewandelt wird.

Offenbarung der Erfindung

Die vorliegende Erfindung umfaßt ein Verfahren zur Herstellung von dreiphasigen Strukturen, wobei die drei Phasen Grundmaterialteilchen, Bindemittel und Luft (oder Gas) umfassen. Eine solche Struktur schließt eine kontinuierliche Bindemittelmaterialphase ein, die, falls erwünscht, in mikrofeine Fasern durch Anwendung von Scherung bzw. Scherspannung umgewandelt werden kann. Vor einer solchen Umwandlung ist das Bindemittel in Form eines dünnen, im wesentlichen kontinuierlichen Films oder einer "Bahn". Somit wird darauf hier als "kontinuierliche Bahnmatrix" oder CWM Bezug genommen. Eine weitere solche Struktur umfaßt Grundmaterialteilchen, die in eine punktförmige Bindung miteinander erzwungen werden durch Bindemittelteilchen unter ähnlichen Verfahrensbedingungen. Diese werden als "mit erzwungenen punktförmigen Bindungen" oder FPB bezeichnet. CWM oder FPB aus Bindemittelmaterialien dienen dazu, Teilchen aus dem gewünschten "Grund"-Material oder "Grund"-Materialien zusammenzuhalten. Das Verfahren betrifft die Anwendung von Wärme und anschließend ausreichend Druck und Scherspannung auf eine im wesentlichen gleichförmige Mischung aus einem Bindemittel in Form von festen Harzteilen mit einem relativ niedrigen Erweichungspunkt und einem oder mehreren "Amboss"-Materialien, die Grundmaterialteilchen mit relativ höherem Schmelzpunkt oder Fasern mit relativ höherem Schmelzpunkt umfassen. Die Größen der Bindemittelteilchen liegen in einem Bereich von etwa 0,1 bis etwa 150 µm und typischerweise 5 bis 20 µm, während die Größen der Grundmaterialteilchen in einem Bereich von etwa 0,1 bis etwa 3000 µm liegen.

Die erste Stufe bei der Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht darin, Bindemittel und Grundmaterialteilchen sehr sorgfältig miteinander zu vermischen. Dies ist wesentlich, um sicherzustellen, daß das Bindemittel ausreichend gleichmäßig in den Grundmaterialteilchen verteilt ist, damit es bei der späteren Umwandlung im wesentlichen alle davon einschließt oder bindet. Dies wird im Detail unten beschrieben.

Nach dem Vermischen wird Wärme angewendet, bevorzugt ohne irgendeinen merklichen Druck oder merkliche Scherspannung, um die Temperatur der Mischung wesentlich über die Erweichungstemperatur des Bindemittels aber unterhalb der Erweichungstemperatur des Grundmaterials zu erhöhen. Dann werden ausreichend hoher Druck und mindestens eine endlich große Scherspannung auf die erwärmte Mischung für einen kurzen Zeitraum ausgeübt, um die dispergierten Bindemittelteilchen in eine im wesentlichen kontinuierliche Bahnmatrix umzuwandeln oder eine erzwungene punktförmige Bindung zu verursachen. Die Mischung wird dann schnell auf eine Temperatur unter dem Erweichungspunkt des Bindemittels abgekühlt, was verursacht, daß die polymere Bindemittelphase in ihrer Form eingefroren wird.

Bei der CWM-Version des Verfahrens wird die Mischung aus Bindemittel und Grundmaterialteilchen in eine monolithische, verfestigte, selbsttragende feste Form umgewandelt. Im allgemeinen wird mindestens ein Teil der Bindemittelteilchen aus im wesentlichen körnigen oder kugelförmigen Teilchen in die gewünschte kontinuierliche Bahn umgewandelt, die instabil ist, wenn sie auf erhöhter Temperatur belassen wird, „und durch schnelles Abkühlen nach ihrer Bildung "eingefroren" werden muß. Die Grundmaterialteilchen oder Fasern werden eingeschlossen und innerhalb dieser kontinuierlichen Bindemittelharzmatrix immobilisiert und manchmal mit der durch das Bindemittelharz gebildeten Struktur verbunden. Die Matrix ist eine kontinuierliche Phase, bildet aber nur einen kleinen Teil, typischerweise 3 bis 6 Gew.-% oder 6 bis 30 % des Gesamtvolumens. Somit sind Hohlräume innerhalb der entstehenden Struktur auch als kontinuierliche Phase vorhanden. Als Ergebnis sind die gebildeten Strukturen durchlässig und haben große Porenvolumina, die mit Luft oder einem anderen atmosphärischen Gas gefüllt sind.

Ein weiteres Merkmal der mit dem Verfahren gebildeten Produkte ist es, daß sie "zerfasert" werden können. Der Bahnmatrixteil der entstehenden Struktur kann, wenn er aus den üblichsten kristallinen Polymeren gebildet

wird, in eine Matrix aus Fasern umgewandelt werden, die die Grundmaterialteilchen in "Taschen" halten. Dies kann durch Anwendung einer nur mäßigen Scherspannung erreicht werden.

Bei der FPB-Version des erfindungsgemäßen Verfahrens wurde gefunden, daß die Anwendung von Druck im unteren Bereich von dem, der für das Verfahren angewendet wird, zur Bildung von erzwungenen punktförmigen Bindungen zwischen den Grundmaterialteilchen statt einer kontinuierlichen Bahnmatrix führt. Eine solche erzwungene punktförmige Bindung kann zu Strukturen führen, die nützliche Eigenschaften haben.

Es wurde beobachtet, daß dann, wenn der Verfahrensdruck abnimmt, die Bildung einer kontinuierlichen Bahnmatrix abnimmt, bis sie extrem beschränkt ist. Jedoch kann die entstehende Struktur manchmal eine wertvolle Kohäsion und Festigkeit behalten. Dies scheint sich durch die Bildung von erzwungenen punktförmigen Bindungen zwischen den Teilchen zu ergeben.

Unter bestimmten Bedingungen kann die Bildung einer kontinuierlichen Polymerphase innerhalb der Struktur nicht wünschenswert sein - wie im Fall von adsorbierenden Strukturen, bei denen ein geringer Strömungswiderstand wünschenswert ist. Wenn die Grundmaterialteilchen, die angewendet werden, zu schwach sind, um den Drücken zu widerstehen, die normalerweise als optimal angesehen werden für die Bildung der kontinuierlichen Bahnmatrix, ist außerdem die Anwendung von niedrigerem Druck erforderlich, um ein Zerbrechen der Teilchen und einen daraus resultierenden Verlust der Festigkeit zu vermeiden. Unter solchen Umständen kann die Menge an erzeugter Bahnmatrix wesentlich abnehmen und durch die Bildung von erzwungenen punktförmigen Bindungen ersetzt werden.

IV

Kurze Beschreibung der Zeichnungen

Die Erfindung oder Ausführungsformen davon werden durch Beispiele unter Bezugnahme auf die folgenden Zeichnungen beschrieben:

Figur 1 ist ein Rasterelektronenmikrobild einer Menge von kugelförmigen Glasperlen, die in einer kontinuierlichen Bahnmatrix aus Ethylen-Vinylacetat-Bindemittelharz immobilisiert sind, die gemäß Beispiel 25 unten hergestellt wurde, worin eine größere Menge an Bindemittelharz als normal verwendet wurde, damit die entstehende Struktur leichter zu betrachten ist;

Figur 2 ist ein zweites Rasterelektronenmikrobild einer Matrix aus kugelförmigen Glasperlen, die in einer kontinuierlichen Bahnmatrix aus Bindemittelmaterial immobilisiert sind, wobei die Oberfläche der Struktur mit einem scharfen Instrument geschnitten wurde und

Figur 3 ist ein Rasterelektronenmikrobild (1500x) einer abgerissenen Kante eines Materials, das gemäß Beispiel 32 der Beschreibung erzeugt wurde, und 95 % Teilchen aus rostfreiem Stahl enthält, die in eine kontinuierliche Bahnmatrix aus Ethylen-Vinylacetat-Copolymer eingebettet sind.

V

Allgemeine Beschreibung der Erfindung

A. Kontinuierliche Bahnmatrix ./ Struktur mit erzwungener punktförmiger Bindung

Die Variationen bei den Verfahrensbedingungen, die hier beschrieben wurden, führen zu zwei alternativen Strukturen, die innerlich stark verschieden sind. Die Hauptvariation bei den Verfahrensbedingungen ist die Verwendung entweder von hohem (im allgemeinen mehr als 274 bar (4000 psi)) oder niedrigem (im allgemeinen mehr als 3,42 bar (50 psi) aber weniger als 274 bar (4000 psi)) Druck, um das Verfahren durchzuführen, wobei die verbleibende Verfahrensfolge und die Bedingungen im wesentlichen gleich sind. Ein geringer Druck ist allgemein bei der Extrusion bestimmter Materialien erforderlich oder wenn weiche oder zerbröckelnde Feststoffe verarbeitet werden, die durch die Anwendung von hohem Druck zusammenfallen oder zerbrochen werden oder aus solch großen Teilchen zusammengesetzt sind, daß der angewendete Druck auf eine begrenzte Anzahl von Teilchengrenzflächen konzentriert wird und eine erhebliche Deformierung der Teilchen beobachtet wird.

Unter diesen Bedingungen muß ein geringerer Druck verwendet werden und dieser Druck kann unzureichend sein, um die einzigartige kontinuierliche Bahnmatrix-(CWM)-Struktur zu bilden. Statt dessen kann eine kohäsive und feste Struktur unter ausgewählten Umständen erzeugt werden, aber diese Struktur ist zusammengesetzt aus Teilchen, die punktförmig verbundene Teilchen zu sein scheinen. In vielen Fällen, die poröse Materialien betreffen, z.B. Aktivkohle, aktiviertes Aluminiumoxid und ähnliche poröse Adsorbentien, wird das Bindemittel in die Makroporen und äußeren Hohlräume

der jeweiligen Grundmaterialteilchen gedrückt, um physikalische Verbindungen zwischen den Teilchen zu bilden. Diese "erzwungene punktförmige Bindung" (FPB) führt zu Strukturen, die allgemein zerbrechlicher sind, als solche mit der kontinuierlichen Bahnmatrixstruktur. Jedoch haben solche Strukturen oft eine ausreichende Festigkeit, um in handelsüblichen Anwendungen nützlich zu sein. Materialien mit FPB-Strukturen werden auf derselben Anlage und mit den gleichen Verfahrensstufen und unter den gleichen Verfahrensbedingungen hergestellt, wie Materialien mit der CWM-Struktur, außer daß der maximal angewendete Druck in einem tieferen Druckbereich liegt.

Strukturen, die die CWM-Struktur nicht haben und die FPB-Struktur haben, zerfallen, wenn sie einer starken Belastung ausgesetzt werden. Sie sind nicht geeignet zur Verwendung bei solchen Anwendungen, wie Schwabbelscheiben, wo sie einem Sprödbbruch unterliegen können. FPB-Strukturen haben oft eine ausgezeichnete Druckfestigkeit, wenn sie mit dickem Querschnitt hergestellt werden. Sie haben nur eine geringe Dehnung vor einer Streckspannung und es fehlen ihnen die kautschukartigen Eigenschaften von CWM-Materialien. CWM-Material kann eine Dehnung von mehr als 100 % haben vor dem Strecken unter ausgewählten Umständen, wohingegen FPB-Materialien allgemein eine Dehnung von weniger als 10 % vor dem Strecken haben.

Einer der Vorteile des FPB-Verfahrens besteht darin, daß es manchmal möglich ist, eine immobilisierte Pulverstruktur zu erhalten, wenn der Grenzflächencharakter der Teilchen oder ihre physikalische Festigkeit ungenügend sind, um die Bildung der CWM-Struktur zu unterstützen. Die Bildung einer FPB-Struktur ist gewöhnlich möglich, wenn man mit porösen Feststoffen umgeht, die Stellen liefern, die zulassen, daß das Bindemittel in physikalische Hohlräume an der Oberfläche der Grundmaterialteilchen gepreßt wird. Der Druck, der für dieses Verfahren erforderlich ist, bleibt beträchtlich und in den meisten Fällen ist der Druck mindestens mehrere 100 psi und optimal mehr als 34,47 bar (500 psi). Die Bildung einer genauen und stabilen Mischung aus Bindemittel und Teilchen ist nicht so kritisch, bleibt aber allgemein wichtig bei dem FPB-Verfahren.

B. Faserbildung nach der Verarbeitung

Materialien mit der FPB-Struktur brechen, wenn sie einer ausreichend großen Kraft (Belastung) ausgesetzt werden. Jedoch haben CWM-Materialien

die einzigartige Eigenschaft, daß das Bindemittel innerhalb dieser Strukturen, wenn es ein kristallines Polymer ist, in eine dichte Matrix aus Fasern umgewandelt werden kann durch die Ausübung einer Belastung auf die Struktur. Eine solche Belastung kann das Ergebnis eines Zugs, von Schneiden oder Zusammendrücken der CWM-Struktur sein. Beim Ziehen entsteht eine dichte Fasermatte innerhalb der Struktur an der Stelle, wo die Struktur gedehnt und gestreckt wird und die abgetrennten Enden der Struktur zeigen charakteristische Fasern, die aus den abgetrennten Kanten hervorstehen. Die Bildung von Fasern kann bis zu 1 mm von der abgerissenen Kante entfernt beobachtet werden. Auch wenn die Struktur mit einer scharfen Klinge geschnitten wird, verursacht die angelegte Belastung die Bildung von Fasern tief in der Struktur bis zu 0,5 mm von der geschnittenen Kante entfernt.

Die Massenumwandlung einer CWM-Struktur in eine dichte Fasermatrix ist möglich. Zum Beispiel wurde ein fester Zylinder mit 1 inch (2,54 cm) Durchmesser und 1 inch Höhe aus kugelförmigen Glasperlen, die innerhalb eines CWM, das aus FE532 Ethylen-Vinylacetat-Copolymer zusammengesetzt war, immobilisiert waren, rund um einen Stahlschaft formgepreßt. Das entstehende Teil hatte anfangs die Eigenschaft von hartem Kunststoff und war sehr fest. Es wurde an einer Tischbohrmaschine befestigt und gegen einen Stahlblock gedrückt, während es mit hoher Geschwindigkeit gedreht wurde. Nach der Entfernung aus der Tischbohrmaschine wurde gefunden, daß das Äußere des Teils vollständig in ein Material mit langen Fasern umgewandelt war. Der kunststoffartige Charakter des Teils hatte sich in einen weich-kautschukartigen Charakter verwandelt. Es hatten sich Fasern in der vollen Tiefe der Struktur gebildet und die äußere Oberfläche war weich und verkrustet.

C. Bindemittelmaterialien

Das Bindemittel kann aus praktisch jedem thermoplastischen Material bestehen, einschließlich z.B. Polyolefinen, wie Polyethylen, Polypropylen, Polybuten-1 und Poly-4-methylpenten-1; Polyvinyl, wie Polyvinylchlorid, Polyvinylfluorid und Polyvinylidenchlorid; Polyvinylestern, wie Polyvinylacetat, Polyvinylpropionat und Polyvinylpyrrolidon; Polyvinylethern; Polyvinylsulfaten; Polyvinylphosphaten; Polyvinylaminen; Polyoxydiazolen; Polytriazolen; Polycarbodiimiden; Copolymeren und Blockinterpolymeren, z.B. Ethylen-Vinylacetat-Copolymeren; Polysulfonen; Polycarbonaten; Poly-

ethern, wie Polyethylenoxid, Polymethylenoxid und Polypropylenoxid; Polyarylenoxiden; Polyestern, einschließlich Polyacrylaten, wie Polyethylen-terephthalat, Polyimiden und Variationen davon und anderen Polymeren mit substituierten Gruppen, z.B. Hydroxyl-, Halogen-, Niedrigalkylgruppen, Niedrigalkoxygruppen, monocyclischen Arylgruppen und dergleichen und anderen thermoplastischen schmelzbaren festen Materialien.

Weniger wünschenswert, aber potentiell anwendbar sind Polymere, wie Polystyrole und Acrylnitril-Styrol-Copolymere, Styrol-Butadien-Copolymere und andere nicht kristalline oder amorphe Polymere und Strukturen. Es wurde gefunden, daß kristalline Polymere im allgemeinen bevorzugt sind zur Herstellung von Fasern aus der CWM-Faser. Amorphe Polymere können im allgemeinen schwieriger und manchmal fast unmöglich in Fasern umgewandelt werden, unter Verwendung dieses Verfahrens. Jedoch können leicht die einzigartigen CWM-Strukturen gebildet werden, die diesen Verbundmaterialien eine große Festigkeit verleihen. Zum Beispiel wurde gezeigt, daß mikrofeines Acrylharz-Bindemittel im allgemeinen resistent ist gegenüber einer Umwandlung in Fasern. Jedoch sind solche nichtkristallinen oder amorphen Polymere geeignet zur Bildung von festen Verbundmaterialien, die die charakteristische kontinuierliche Bahnmatrix der Erfindung beinhalten. Diese Strukturen müssen nicht notwendigerweise eine wesentliche Dehnung vor der Streckung haben. Ein typisches Beispiel ist die Verwendung eines amorphen Polymethacrylats, das durch Emulsionspolymerisation hergestellt wurde, um Teilchen aus rostfreiem Stahl zu binden. Die entstehende Struktur ist "steinhart", kann aber nicht durch angewendete Belastung in Fasern umgewandelt werden. Solche Strukturen haben die Mikrostruktur von CWM-Materialien, aber das physikalische Verhalten von ungewöhnlich festen FPB-Strukturen.

D. Hergestellte Strukturen

Die mit dem CWM- und FPB-Verfahren hergestellten Strukturen können die physikalischen Eigenschaften von Weich- oder Hartkautschuk haben oder können die Eigenschaften eines spröden Materials haben, das einem keramischen Körper ähnelt. Zum Beispiel können Pulver aus rostfreiem Stahl, die mit dem CWM-Verfahren verarbeitet wurden, einer Folie aus Butylkautschuk ähneln, obwohl die tatsächliche Zusammensetzung der Folie 95 % Metall ist. Alternativ können sehr feine Polymerteilchen mit organischen Fasern und Bindemittelteilchen vermischt werden, um komplexe

Verbunde herzustellen, die steif sind und eine hohe Zugfestigkeit haben. Wenn Fasern als Teil der Originalmischung verwendet werden, werden sie vorzugsweise auf eine Länge von nicht mehr als ungefähr 5 mm geschnitten, obwohl längere Fasern in kleinen Volumina toleriert werden. Absorbierende Pulver und Körnchen können geformt, extrudiert oder in dünne Folien geformt werden, wenn das Bindemittelmaterial in geringen Mengen vorhanden ist.

Diese Materialien können verarbeitet werden, um steife und spröde Strukturen oder weiche und kautschukartige Strukturen zu erhalten. In einigen Fällen kann das Ausmaß der Bildung einer Bindemittelharz-Bahnmatrix in die Tiefe der festen Masse eingestellt werden, was innere Strukturen mit hohem Anteil an Matrix und äußere Strukturen mit geringem Anteil an Matrix erzeugt. Außerdem können die Kanten der Struktur bearbeitet werden, um glatte Oberflächen zu erreichen, die weder Teilchen noch Fasern freisetzen, auch nicht unter starker Belastung.

E. Grundmaterialteilchen

Der Bereich an möglichen Materialien, die als Grundmaterialteilchen oder Fasern dienen können und die möglicherweise unter Verwendung der CWM- und FPB-Verfahren immobilisiert werden können, ist praktisch grenzenlos. Materialien, die immobilisiert werden können, schließen Metallteilchen aus rostfreiem Stahl 410, 304 und 316, Kupfer-, Aluminium- und Nickelpulver, ferromagnetische Materialien, aktiviertes Aluminiumoxid, Aktivkohle, Silicagel, Acrylpulver und -Fasern, Cellulosefasern, Glasperlen, verschiedene Schleifmittel, übliche Mineralien, wie Siliziumdioxid, Holzspäne, Ionenaustauschharze, Keramiken, Zeolite, Diatomenerde, Polyesterpartikel und -fasern und Teilchen von technischen Harzen, wie Polycarbonat, ein.

Es ist anzumerken, daß das CWM- und FPB-Verfahren allgemein anwendbar ist für Grundmaterialteilchen in einem Größenbereich von 0,1 bis 3000 µm Durchmesser und Fasern mit 0,1 bis 250 µm Durchmesser mit einem im wesentlichen unbegrenzten Verhältnis von Länge zu Breite. Wie oben aufgeführt, werden die Grundmaterialfasern jedoch bevorzugt auf eine Länge von nicht mehr als 5 mm geschnitten. In Frage kommende Fasern oder Pulver müssen eine ausreichende Wärmeleitfähigkeit haben, um die Pulvermischungen erhitzen zu können. Außerdem müssen die Grundmaterialteilchen und -fasern Schmelzpunkte haben, die ausreichend über dem Schmelzpunkt des

Bindemittelharzes liegen, um zu verhindern, daß beide Substanzen schmelzen und eine kontinuierliche geschmolzene Phase bilden, statt des gewöhnlich gewünschten 3- oder Mehrphasensystems aus kontinuierlicher Bindemittelbahn, den üblichen kontinuierlichen Grundmaterialteilchen oder -fasern mit Punktkontakt und einer kontinuierlichen Phase aus offenen Räumen.

F. Vorteile einer Behandlung mit einem oberflächenaktiven Mittel

Eines der Erfordernisse für die Herstellung von festen und gleichmäßigen Strukturen unter Verwendung des hier beschriebenen Verfahrens ist die Bildung einer stabilen Mischung aus Bindemittel und Grundmaterialteilchen vor der Verarbeitung. Es wurde allgemein gefunden, daß die zur Herstellung dieser gleichmäßigen Mischung verwendeten Methoden und die Eigenschaften der in dem Verfahren verwendeten Teilchen eine Mischung erzeugen müssen, bei der die Bindemittelteilchen eine stabile Bindung an die Grundmaterialteilchen zeigen. Ohne die vorherige Bildung einer stabilisierten Mischung der Teilchen ist sowohl das FPB- als auch das CWM-Verfahren praktisch nicht zu erreichen. Die Bindemittelbindung an die Grundmaterialteilchen kann zu einer Stabilisierung der Mischungen der Grundmaterialteilchen führen, die sich normalerweise absetzen würden als Ergebnis von Unterschieden in der Dichte oder der Teilchenmorphologie. Zum Beispiel können stabile Mischungen von Teilchen aus rostfreiem Stahl 410 und glatten, harten und kugelförmigen Ionenaustauschharzkörnchen erzeugt werden, wenn das Mischverfahren optimiert wird und das Bindemittel oder die Grundmaterialteilchen chemisch behandelt werden.

Es wurde oft gefunden, daß Bindemittelteilchen, die durch Emulsionspolymerisation erzeugt wurden, in dem erfindungsgemäßen Verfahren eine Leistung zeigen, die Teilchen, die mit alternativen Methoden erzeugt wurden, überlegen ist. Zum Beispiel sind Teilchen aus Polyethylenharzen, die durch Emulsionspolymerisation erzeugt wurden, bei dem Verfahren wirksam, aber Teilchen, die durch Vermahlen erzeugt wurden, sind gewöhnlich nicht wirksam. Außerdem können Grundmaterialteilchen mit glatten äußeren Oberflächen und hydrophoben Eigenschaften unter ausgewählten Umständen der Bildung sowohl von FPB- als auch CWM-Strukturen widerstehen. Zum Beispiel ist XAD-16 ein nicht funktionalisiertes adsorbierendes Harz, das von Rohm & Haas Company (Philadelphia, PA) hergestellt wird. Dieses Harz ist extrem hydrophob und es wurde gefunden, daß dann, wenn es in Form eines mikronisierten Pulvers oder in Form der ursprünglichen Harzkügelchen

vorliegt, der Bildung einer gebundenen Struktur widersteht, wenn es mit Teilchen aus rostfreiem Stahl vermischt wird unter solchen Verfahrensbedingungen, die normalerweise für andere Materialien voll wirksam waren. Jedoch konnte dieses Problem überwunden werden durch Eintauchen des Harzes in eine Lösung aus 1 % linearem Alkylethoxylat in Methanol und anschließendes Trocknen an der Luft. Das behandelte Harz konnte dann auf der Walze verdichtet werden zu kontinuierlichen Folien mit CWM-Strukturen, wenn es mit 25 Gew.-% rostfreiem Stahl 410 und 12 Gew.-% Ethylen-Vinylacetat-Copolymer-Bindemittel formuliert wurde.

Die Bildung von stabilen Mischungen unter den einzigartigen Bedingungen eines hochintensiven Mischens und der hier beschriebenen Oberflächenbehandlung läßt es zu, Teilchenmischungen zu behandeln, die normalerweise einer starken Auftrennung oder Abtrennung aus Gründen von Unterschieden in der Dichte, der Teilchenmorphologie oder Größe unterliegen würden. Zum Beispiel können stabile Mischungen zwischen Teilchen hergestellt werden, deren Dichten um mehr als einen Faktor von 10 differieren. Glatte kugelförmige Teilchen können mit Teilchen mit einem faserigen oder im wesentlichen nicht kugelförmigen Charakter vermischt werden. Teilchen, deren Größe um einen Faktor von 1000 variiert, wurden vermischt und als stabile Mischungen erhalten.

G. Hochleistungsmischen

Es wurde gefunden, daß ein Vermischen mit geringer Scherung, z.B. in einem Bandmischer oder einer üblichen Kugelmühle nicht ausreichend ist, um eine stabile Mischung aus Bindemittel und Grundmaterialteilchen in einem vernünftigen Zeitraum zu erzeugen. Ohne die Erzeugung einer spezifischen Struktur während des Vermischens ist das Verfahren unwirksam und kohäsive und feste Strukturen können nicht mit dem Verfahren hergestellt werden. Nicht nur die Bindemittelteilchen oder Grundmaterialteilchen müssen spezifische Eigenschaften haben, z.B. solche, die durch die Gegenwart von oberflächenaktiven Mitteln erzeugt werden, sondern das Mischen muß ausreichend stark sein, um einen Zustand zu erzeugen, wo Bindemittelteilchen und Grundmaterialteilchen stabile Bindungen ausbilden. Diese "Präbindungen" sind ausreichend, um Mikroaggregate zu erzeugen, die die Strömungs- und Staubeigenschaften der Teilchen innerhalb der Mischung wesentlich verändern. Ein heftiges Vermischen ist auch erforderlich, um

Bindemittelteilchen-Aggregate zu brechen, die oft ziemlich stabil sind und um zu erzwingen, daß sich diese Bindemittelteilchen wieder mit den Grundmaterialteilchen verbinden.

Die richtige Methode des Mischens erzeugt ein Material, das aus Mikroaggregaten aus Grundmaterialteilchen und Bindemittelteilchen zusammengesetzt ist und diese Aggregate haben eine verminderte Tendenz, Staub zu erzeugen, wenn sie bearbeitet werden. Ein erfahrener Mitarbeiter kann auch leicht eine Verminderung der Strömungseigenschaften der Pulvermischung feststellen, die die Bildung der gewünschten Bindungen zwischen den Teilchen anzeigt. Proben, die auf einer schwarzen Oberfläche verschmiert werden, zeigen keine restlichen Bindemittelaggregate mehr, die durch die Gegenwart schmaler weißer Streifen angezeigt würden.

Schlecht vermischtes Material oder die Verwendung von Bindemittel- oder Grundmaterialteilchen, die die Fähigkeit zur Bildung stabiler "Präbindungen" nicht haben, führen zu Mischungen, wo sich Bindemittel und Grundmaterialteilchen trennen oder wo sich Grundmaterialteilchen mit einer stark variierenden Dichte oder Morphologie abtrennen, da stabile Aggregate nicht gebildet wurden. Es sind diese stabilen Aggregate, die sich während des Mischens bilden, die es zulassen, daß bei diesem Verfahren Teilchen gebunden werden, die normalerweise nicht in einer stabilen Mischung aufrechterhalten werden können. Es scheint eine Regel zu sein, daß das Verfahren allgemein nicht durchführbar ist mit schlecht gemischten Materialien oder mit Materialien, bei denen die Bindemittelteilchen nicht an die Grundmaterialteilchen während der Mischstufe gebunden wurden.

Es wurde gefunden, daß ein angemessenes Mischen erreicht werden kann, wenn eine Kugelmühle so modifiziert wird, daß sie ein oder mehrere (gewöhnlich 2) Sätze von Stahlstäben, die entlang der Peripherie angeordnet sind, aufweist. Die Kugeln, die sich innerhalb der Mühle drehen, werden durch einen Satz von Stahlstäben angehoben und auf das Pulver, das sich an der Oberfläche eines zweiten Satzes von Stahlstäben angesammelt hat, herunterfallen gelassen. Die Stäbe arbeiten gut, wenn sie mit Gewinde versehen sind, so daß das Pulver innerhalb der Gänge der Stäbe und den fallenden Kugeln zertrümmert wird. Diese Wirkung verstärkt die Heftigkeit der Wirkung der Kugelmühle beträchtlich und erzeugt innerhalb eines kurzen Zeitraumes (gewöhnlich weniger als 3 Stunden) die erforderliche mikroaggregierte Mischung.

Um größere Volumina an Material ökonomisch zu vermischen, kann ein üblicher Bandmischer so modifiziert werden, daß eine Reihe von Hochleistungsschaufeln verwendet wird, die eine Zeitlang Druck und Scherung ausüben. Hohe Beladungsraten sind erforderlich, um ein gutes Vermischen in solchen Systemen zu erhalten und Teilladungen von Pulver können oft nicht wirksam vermischt werden.

Wenn Mischungen von Pulvern und Fasern erzeugt werden müssen, ist es oft notwendig, Fasern kurzer Länge (weniger als 4 mm und optimal weniger als 2 mm) zu verwenden. Um Faserbündel zu brechen, kann ein Trocken-Blattmischer mit hoher Geschwindigkeit erforderlich sein. Nach dem Brechen von Faseraggregaten können Pulver und Fasermischung in Kugelmøhlen oder Schaufelmischern bearbeitet werden.

VI

Detaillierte Beschreibung des CWM/FPB-Verfahrens

A. Allgemein

Während des CWM/FPB-Verfahrens wird mindestens eine Art von "Bindemittel"-Teilchen, die aus einem mikrofeinen teilchenförmigen Material bestehen, gewöhnlich einem thermoplastischen Pulverharz, mit einer oder mehreren Arten von "Grundmaterial"-Teilchen oder einer oder mehreren Arten von Grundmaterialfasern vermischt. Die Grundmaterialteilchen und -fasern können aus praktisch jedem körnigen, pulverförmigen oder mikrofeinen Material oder einer Reihe von feinen oder groben Fasern bestehen. Grundmaterialteilchen und -fasern sollten Schmelz- oder Erweichungspunkte haben, die wesentlich höher liegen, als die der Bindemittelteilchen. Zu dieser Mischung kann eine Vielzahl von Additiven und Verfahrenshilfsmitteln zugegeben werden. "Additive" werden definiert als Materialien, die wünschenswerte Veränderungen bei den Eigenschaften des Endproduktes erzeugen, z.B. Weichmacher, die eine elastischere oder kautschukartigere Konsistenz erzeugen oder Versteifungsmittel, die ein festes, sprödes und mehr keramikartiges Endprodukt erzeugen. "Verarbeitungshilfsmittel" werden definiert als Materialien, die es zulassen, daß die Mischung leichter verarbeitet werden kann, z.B. Gleitmittel für den Spritzguß. Das Bindemittel sollte etwa 3 bis etwa 30 Gew.-% der Gesamtmischung und bevorzugt etwa 4 bis etwa 8 % bilden.

Das Mischverfahren, das typischerweise verwendet wird, um Bindemittel und Grundmaterial zu vermischen, ist so ausgelegt, daß es ein so gleichförmiges Endprodukt wie möglich erzeugt. Es wurde gefunden, daß die Qualität der mit der Mischeinrichtung erzeugten Mischung ziemlich wichtig für das Verfahren ist. Das Kaltmischverfahren erfordert gewöhnlich einen ziemlichen Scherungsgrad, um eine stabile, innige Mischung zu erzeugen, die während der endgültigen Verarbeitung in einen starken Verbund umgewandelt wird. Zum Beispiel muß das Vermahlen in der Kugelmühle oft in einer modifizierten Kugelmühle, die mit Einrichtungen ausgestattet ist, um die Scherspannung zu erhöhen, durchgeführt werden. Schaufelmischer müssen auch modifiziert werden mit Vorrichtungen, die die Materialien "schmieren". Es wurde gefunden, daß die bevorzugten bei dem CWM-Verfahren verwendeten thermoplastischen Bindemittelharze oft Agglomerate bilden, die gründlich verteilt werden müssen, um eine gleichmäßige Mischung zu liefern, die für das Verfahren geeignet ist. Ein übliches Vermischen des Materials mit diesen Bindemittelharzen liefert oft kein wirklich gleichförmiges Produkt, sondern führt zu einer weiteren Agglomeration der Bindemittelteilchen und zu einer Auftrennung der Komponenten der Mischung. Es wurde jedoch gefunden, daß im wesentlichen alle Pulvermischungen (solche, die keine wesentlichen Mengen an langen Fasern enthalten) wirksam unter Verwendung einer modifizierten Kugelmühle oder eines Schaufelmischers vermischt werden können, während Mischungen von Fasern und Teilchen wirksam in einem Hochleistungs-Zerkleinerungs-Mischer dispergiert werden können.

Außerdem wird angenommen, daß das CWM- und FPB-Verfahren eine spezielle Verteilung der Teilchen innerhalb der Mischung erfordert. Bindemittelteilchen müssen einzeln oder in Form kleiner Cluster zwischen und auf den umgebenden Grundmaterialteilchen verteilt werden. Die Bindemittelteilchen müssen an den Grundmaterialteilchen haften, um eine wenig staubende, sich langsam bewegendende Matrix zu erzeugen. Um diese Klebrigkeit zu ergänzen, müssen Bindemittel- oder Grundmaterialteilchen manchmal mit einer Spur Tensid oder einem ähnlichen Material beschichtet werden.

Wenn einmal alle Teilchen und Komponenten im wesentlichen gleichförmig verteilt sind, wird die entstehende Mischung dann erfindungsgemäß mit einem Verfahren verarbeitet, das eine Anzahl von üblichen Verfahren einschließen kann, die oft für Kunststoffe angewendet werden. Dies

schließt ein Extrudieren ein, um Gegenstände mit zweidimensionaler gleichmäßiger Form herzustellen, eine Verdichtung auf einer heißen Walze, um dünne Folien oder dicke Platten des Materials herzustellen oder Formpressen oder Spritzguß, um komplizierte Masseformen herzustellen. Das CWM-Verfahren läßt daher die Verarbeitung im wesentlichen jedes teilchenförmigen oder faserigen Materials in die gleichen monolithischen physikalischen Formen zu, die mit Kunststoffharzen erhältlich sind.

Um die Bildung der einzigartigen kontinuierlichen Bahn des Bindemittelharzes und die Immobilisierung oder erzwungene Punktbindung der Grundmaterialteilchen oder Fasern zu erreichen, wird die Kunststoff-Formungs-, Extrudier-, Walzenverdichtungs- oder andere Formgebungsausrüstung in einer solchen Weise betrieben, daß eine kritische Kombination aus angewendetem Druck, Temperatur und Scherspannung bzw. Scherung in einer erforderlichen Zeitreihenfolge erhalten wird. Die Bedingungen, die erforderlich sind, um die Bindemittelteilchen aus ihrer ursprünglichen Form als normales Pulver oder kugelförmige Teilchen in eine dünne kontinuierliche Bahnmatrix innerhalb der endgültigen Struktur umzuwandeln, variieren mit der Art des verwendeten Harzes. Jedoch schließen die Grunderfordernisse die folgenden Stufen ein.

1. Ohne wesentlichen Druck oder Scherspannung wird die Mischung zuerst auf eine Temperatur gebracht, die ausreichend über (vorzugsweise mindestens etwa 20°C, am meisten bevorzugt etwa 40°C über) dem Erweichungspunkt des Bindemittelharzes, aber normalerweise unterhalb des Erweichungspunktes der Grundmaterialteilchen und -fasern innerhalb der Mischung liegt.
2. Nachdem die Mischung auf mindestens die Temperatur der Stufe 1 erhitzt worden ist, wird sie einem genügenden Druck ausgesetzt, im allgemeinen mindestens etwa 3,45 bar (50 psi), bevorzugt mindestens etwa 68,95 bar (1000 psi) und am meisten bevorzugt mindestens etwa 413,7 bar (6000 psi), um im wesentlichen sofort das lose Material zu verfestigen und das Bindemittelharz mit den umgebenden Grundmaterialteilchen zu verbinden, um mindestens einen Teil der Bindemittelmaterialteilchen in eine kontinuierliche Bahn zwischen den Grundmaterialteilchen umzuwandeln. Der angewendete Druck muß ausreichend sein, um das Bindemittel "zu aktivieren" und wird erst bei Erreichung der notwendigen Temperatur, wie in Stufe 1 erwähnt, angewendet.

3. Die Mischung muß mindestens einer minimalen (endlichen) Scherspannung während der Anwendung des Drucks ausgesetzt werden, auch wenn die Scherspannung einfach die Bewegung der Teilchen ist, die erforderlich ist, um die Masse aus der ursprünglich losen Form zu einer kompakteren Form zu verfestigen. Es wird angenommen, daß dies dazu dient, die Teilchen des Bindemittels zu "schmieren" zu dünnen Filmen, die ineinanderfließen, um eine kontinuierliche Bahnmatrix zu bilden. Obwohl die Teilchen während der Extrusion während des Erhitzens in der Düse vorverfestigt würden, erfährt das Material eine Kombination aus Scherspannung und Druck in dem letzten formenden Teil der Düse, wo Temperatur, Druckabfall und Scherspannung ausreichend sind, um die Umwandlung des Bindemittels zu erreichen.
4. Die Anwendung von Wärme und Druck muß von ausreichend kurzer Dauer sein, daß die während des Verfahrens gebildete kontinuierliche Bahn nicht in einen nicht kontinuierlichen Zustand zurückkehrt als Ergebnis des Schmelzens und der Wiederverfestigung in einzelne Tröpfchen oder Teilchen.
5. Das Verfahren wird mit großer Geschwindigkeit durchgeführt und dann wird das entstehende immobilisierte Material relativ schnell auf eine Temperatur unter dem Schmelzpunkt des Bindemittels abgekühlt, um die instabile Struktur, sobald sie sich gebildet hat, "einzufrieren".

Bei der FPB-Ausführungsform der Erfindung ist der in Stufe 2 angewendete Druck im unteren Bereich, so daß die Bildung einer kontinuierlichen Bahn abnimmt oder aufhört und die Verbundstruktur gebildet wird durch erzwungene punktförmige Bindung zwischen den Grundmaterialteilchen. Die Anwendung von Wärme und Druck bei dem FPB-Verfahren ist auch von kurzer Dauer und das Abkühlen erfolgt relativ schnell, so daß die während des Verfahrens gebildeten erzwungenen punktförmigen Bindungen erhalten bleiben.

Der genaue Mechanismus, der zur Bildung der kontinuierlichen Bahnmatrix bei dem CWM-Verfahren führt, wird nicht vollständig verstanden. Eine Hypothese ist, daß die Bindemittelharzteilchen eine Oberflächenbeschichtung an der Oberfläche der Grundmaterialteilchen gebildet haben. Die Anwendung von intensivem Druck und intensiver Scherspannung führt zu einem Fließen des bei niedriger Temperatur schmelzenden Bindemittels während der ersten Momente von Scherspannung und Druck. Die von dem Bindemittelharz erfahrene Strömung und Scherspannung erzeugt ein

kontinuierliches Netzwerk oder eine kontinuierliche Bahn aus Bindemittel in den Poren zwischen den Grundmaterialteilchen. Diese Struktur ist nicht stabil, kann sich aber bei dem sehr hohen Druck, der schließlich innerhalb der Struktur erreicht wird, sofort verfestigen. Wenn der Druck entspannt wird und die Temperatur schnell absinken gelassen wird, wird die Struktur im Endprodukt erhalten. Wenn die Struktur nicht schnell abgekühlt wird, zersetzt sich das kontinuierliche Bindemittelharz-Netzwerk und die strukturelle Integrität wird vermindert oder geht in den meisten Fällen vollständig verloren. Wenn diese hypothetische Beschreibung richtig ist, kann erwartet werden, daß das Verfahren für viele thermoplastische Kunststoffe anwendbar ist und bevorzugt für thermoplastische Kunststoffe mit kristalliner Struktur, deren Fließen stark von dem angewendeten Druck abhängt.

Unabhängig von dem Mechanismus, mit dem die kontinuierliche Bahn erzeugt wird, kann das CWM-Verfahren extrem schnell abgeschlossen werden und das Netzwerk aus Bindemittelharz scheint sich praktisch sofort bei Anwendung von genügend Druck und Scherspannung zu bilden. Zum Beispiel können dünne Folien aus gepulvertem rostfreiem Stahl erzeugt werden unter Verwendung des CWM-Verfahrens, indem eine Mischung aus feinem Pulver aus rostfreiem Stahl und einem Bindemittelharz durch einen Walzenverdichter mit beheizten Walzen geleitet wird. Für dieses Verfahren wird die geschätzte Zeit, die erforderlich ist, daß die Mischung der Pulver in die Spaltzone des Verdichters eintritt und als flache Folie mit einer Dicke von 150 bis 300 μm austritt, berechnet mit weniger als 0,5 Sekunden. Eine Untersuchung des Produktes zeigt die Erzeugung einer kontinuierlichen Bahn aus Polymermaterial innerhalb der Poren zwischen den Stahlpulverteilchen.

Figur 1 zeigt eine CWM-Folie, die Glaskugeln 10 umfaßt, die in einer kontinuierlichen Bahnmatrix 12 enthalten sind. Dies ist eine Fotografie einer Folie, die unter flüssigem Stickstoff gebrochen wurde.

Eine Eigenschaft der mit CWM gebildeten Materialien, die hergestellt wurden unter Verwendung üblicher kristalliner Bindemittelharze besteht darin, daß ein Ziehen, Schneiden oder Anwenden einer Belastung auf die Struktur die feine Bahn des Polymers in sehr feine Fasern umwandelt. Die entstehenden Fasern können manchmal sehr fein und sogar bis zu Sub- μm -Größe gespleißt oder fibrilliert sein. Eine solche Struktur ist in Figur 2 gezeigt, die eine Folie ähnlich der von Figur 1 zeigt, die geschnitten

wurde, was Fasern 14 an der Schnittfläche erzeugt. Figur 3 zeigt eine Folie aus rostfreien Stahlteilchen 16, die aufgeschlitzt wurde, was zur Bildung von Fasern 18 führt.

Die Schnelligkeit des CWM- und FPB-Verfahrens scheint hauptsächlich durch die Geschwindigkeit begrenzt zu sein, mit der die Wärme in die Mischung der Teilchen wandern kann. Die Bildung der kontinuierlichen polymeren Bahn oder der erzwungenen punktförmigen Bindungen scheint nur eine vorübergehende Anwendung von hohem Druck und Scherspannung zu erfordern. Es wurde gezeigt, daß dann, wenn das Produkt der CWM- oder FPB-Verfahren über einen längeren Zeitraum auf erhöhter Temperatur gehalten wird, eine schnelle Zerstörung des Produktes und ein Verlust der kontinuierlichen Bahn oder der Bindungspunkte auftritt. Daher sollte nach der Bildung der kontinuierlichen Bindemittelharzstruktur in dem CWM-Produkt oder der Bindungspunkte in dem FPB-Produkt das Material schnell abgekühlt werden, bevorzugt so schnell wie möglich. Vor dem vollständigen Abkühlen des Produktes bleibt die Struktur weich und kann leicht verformt werden. Das Produkt wird daher gewöhnlich teilweise etwas abkühlen gelassen, bevor es aus der Form entfernt wird oder aus dem Extrusionswerkzeug austritt. In diesem warmen Zustand kann das Produkt manchmal behandelt werden, um eine glatte Oberflächenbeschaffenheit oder geglättete Folie zu erzeugen. Besprühen mit Wasser oder Blasen mit Luft kann verwendet werden, um das Abkühlen zu beschleunigen. Flache Folien, die auf einem Heißwalzenverdichter erzeugt wurden, werden abkühlen gelassen, während sie mehrere Fuß von der Walze laufen, bevor sie behandelt werden. In einigen Fällen werden die Folien des Materials weiter verarbeitet, um sie flach zu machen, während sie noch warm und formbar sind.

Das Produkt des CWM- und FPB-Verfahrens kann ein kautschukartiges oder kunststoffartiges Material sein, dessen Eigenschaften breit variiert werden können durch die Verwendung von höherem oder niedrigerem Druck und Scherspannung, höherer oder niedrigerer Temperatur und durch die Verwendung verschiedener Additive, die, in geringen Mengen, die Eigenschaften des Produktes wesentlich verändern. Die typische Struktur, die mit dem CWM-Verfahren erzeugt wird, ist in Figur 1 gezeigt. Sie ist aus kugelförmigen Glasperlen 10 innerhalb einer kontinuierlichen Bahn aus Bindemittelharz 12 (Ethylen-Vinylacetat) zusammengesetzt. Die Kon-

zentration des Bindemittels wurde auf 20 Gew.-% erhöht, damit man leichter die entstehende Struktur sieht, aber solche Strukturen können mit Bindemittelmengen von nur 6 Gew.-% erzeugt werden.

Es wurde beobachtet, daß ein Erhöhen von Druck und angewandeter Scherspannung auf die Mischung zu einem erheblichen Anstieg des Kontinuitätsgrades des Bindemittelharzes innerhalb der Produktstruktur führt. Die Dicke der durch angewendete Spannung erzeugten Bahn scheint abzunehmen, wenn die Temperatur von einer minimalen Temperatur zu einer maximalen Temperatur ansteigt. Oberhalb einer bestimmten Temperatur wird beobachtet, daß die entstehende Matrixbildung abnimmt. Es wird angenommen, daß oberhalb einer kritischen Temperatur die mit dem CWM-Verfahren gebildete kontinuierliche Struktur nicht schnell genug unter eine "Schmelzfluß"-Temperatur abkühlen kann und die kontinuierliche Bahn während des nachfolgenden Rückfließens in die kugelige Form verlorenght.

Das CWM- und FPB-Verfahren wird daher gewöhnlich in einem bevorzugten Betriebstemperaturbereich durchgeführt. Dieser Bereich kann mit der Größe und Form des herzustellenden Gegenstandes variieren. Zum Beispiel können dünne Folien, die sehr schnell erwärmt und abgekühlt werden können, bei niedrigen Temperaturen geformt werden, als größere Platten oder Masseformen. Folien aus rostfreiem Stahl, die 5 Gew.-% Ethylen-Vinylacetat (EVA) enthalten (Schmelzpunkt ungefähr 100 bis 130°C) können mit dem CWM-Verfahren bei Temperaturen von 150°C geformt werden, während größere Pfropfen des gleichen Materials mit einem Durchmesser von 1,3 cm (0,5 inch) nicht unter 180°C verarbeitet werden können. Der zugelassene Temperaturbereich wird daher umso mehr beschränkt, je größer die Größe des zu formenden Gegenstandes ist. In der Praxis können Gegenstände mit einer Dicke von bis zu 5,1 cm (2 inch) in einem praktischen Temperaturbereich geformt werden. Die Fähigkeit, das Verfahren durchzuführen nimmt jedoch mit ansteigender Dicke des Produktes ab, da die erforderliche Temperatur ansteigt und die Fähigkeit, es schnell abzukühlen, verlorenght.

Es wurde nun gefunden, daß ein minimal angewandeter Druck und eine beträchtliche Scherspannung erforderlich sind, um das CWM-Verfahren "zu aktivieren". Unter einem kritischen Druck wird nicht beobachtet, daß eine kontinuierliche Bindemittelstruktur auftritt. Die erzwungene punktförmige Bindung der Teilchen kann jedoch immer noch auftreten. Die erzwungene punktförmige Bindung der Grundmaterialteilchen durch das Bindemittelharz erzeugt ein Material mit beträchtlich anderen physikalischen

Eigenschaften, als bei mit der CWM-Ausführungsform des Verfahrens erzeugtem. Das CWM-Verfahren erzeugt Materialien, die extrem kautschukartig sind, oft fast nicht unterscheidbar von üblichem Hartkautschuk. Außerdem sind die Mikrostrukturen der beiden Materialien vollständig verschieden. Die Grundmaterialteilchen der mit CWM verarbeiteten Materialien sind allgemein in einer Anordnung aus feinen kontinuierlichen Stegen, die die Teilchen verbrücken, eingefangen. FPB-Materialien haben klebstoffartige Bindungen zwischen den Teilchen, die durch das Schmelzen des Bindemittelharzes und die Verdichtung dieses Materials bis zu einem Ausmaß, das nicht ausreicht, um es zu einer kontinuierlichen Bahn zu verfestigen, verursacht werden. Diese gebundenen Strukturen zeigen eine viel geringere Festigkeit, als die Materialien, die mit dem CWM-Verfahren hergestellt wurden, die, obwohl das Bindemittel nur einen kleinen Anteil der Struktur, bezogen auf Gewicht, bildet, strukturelle Eigenschaften haben können, die ähnlich denen von Kautschuk, Holz oder Keramik sind.

Wie angegeben, wird die erzwungene punktförmige Bindung allgemein erreicht unter Verwendung von Bedingungen und einer Reihenfolge von Stufen, die für das CWM-Verfahren angegeben wurden, aber zu einer Struktur führen, die nicht die charakteristischen kontinuierlichen Bindemittelstege aufweisen, die normalerweise als Ergebnis des CWM-Verfahrens erzeugt werden. Es wird angenommen, daß dies entweder darauf beruht, daß die Verfahrensbedingungen zu dem unteren Bereich des CWM-Bereiches hin verändert wurden, wo die Erzeugung einer kontinuierlichen Struktur abnimmt und die Erzeugung von erzwungenen punktförmigen Bindungen überwiegt oder weil ein Bindemittelharz ausgewählt wurde, das einer Umwandlung in eine kontinuierliche Bindemittelphase widersteht und bei dem nur eine erzwungene punktförmige Bindung möglich ist. In jedem Fall behält das Verfahren alle üblichen Eigenschaften des CWM-Verfahrens, das in der gleichen Art von Anlage unter Verwendung ähnlicher oder vielleicht sogar identischer Verfahrensbedingungen durchgeführt werden kann. Offensichtlich verursacht entweder eine Verminderung des Drucks oder eine Veränderung des Harzes, daß die Bildung einer kontinuierlichen Bindemittelphase aufhört, führt aber zur Bildung einer festen erzwungenen punktförmigen Bindung zwischen den Grundmaterialteilchen. Die meisten FPB-Produkte brechen, wenn sie in kleinem Winkel gebogen werden (gewöhnlich weniger als 30 bis 45°) und würden im Vergleich zu solchen Produkten, die die kontinuierliche

Polymerphase enthalten, als spröde betrachtet werden. Die FPB-Materialien sind jedoch wünschenswert zur Immobilisierung bestimmter Adsorbentien. CWM-Materialien können oft zu einem großen Winkel abgebogen werden und in einigen Fällen haben sie die Flexibilität von üblichem Kautschuk oder von Papier.

Keramikartige Materialien können erzeugt werden unter Verwendung des Verfahrens durch Anwendung kleiner Grundmaterialteilchen mit komplexen gefalteten Formen, die wirksam ineinandergreifen können (Diatomeenerde ist ein gutes Beispiel) und dadurch, daß das Verfahren bei hohen Temperaturen und hohem Druck durchgeführt wird. Das entstehende Material ist extrem starr und spröde. Solche Strukturen sind besonders wünschenswert für bestimmte Verfahren, wo ein Produkt, das seine Form behält, erforderlich ist, wie im Fall von extrudierten Strukturen oder geformten Gegenständen.

Es ist auch möglich, eine immobilisierte Mischung aus Metallpulver und einer körnigen oder pulverförmigen Schleifmittel- oder Polierverbindung, wie Siliziumcarbid, Aluminiumoxid und dergleichen herzustellen. Die Metallteilchen haben bevorzugt etwa 1/10 der durchschnittlichen Größe der Schleifmittelteilchen. Die Schleifmittelteilchen, Metallpulver und Bindemittelmaterial werden typischerweise in Anteilen von 65 %, 25 % bzw. 10 % vermischt. Sie werden unter den vorher beschriebenen Bedingungen geformt, z.B. bei 551,6 bar (8000 psi) und 210 °C. Die gebildeten Folien, Platten oder Blöcke werden dann bei einer Temperatur und über einen Zeitraum gesintert, die ausreichen, um eine Diffusionsbindung der Metallteilchen innerhalb der Struktur zu erzwingen. Das Ergebnis ist eine metallgebundene Schleifmittelstruktur, die geeignet ist zur Verwendung als Schleifscheibe, als Schmirgelpapier oder für andere Schleif-, Polier- oder Schmirgelanwendungen. Die Anteile von Metall, Schleifmittel und Bindemittel können variiert werden und die Teilchen des Schleifmittels können einen Durchmesser von 1 bis 1500 µm haben. Das Metallpulver kann irgendein Pulver aus einer Vielzahl von Stählen und rostfreien Stählen oder weicheren Metallen, wie Kupfer-, Bronze- oder Messingpulver sein. Der Vorteil des neuen Produktmaterials ist die Leichtigkeit der Herstellung und die extrem hohe Festigkeit und die Möglichkeiten hinsichtlich der Verarbeitungstemperatur. Das Material kann zu einer Vielzahl von dünnen und dicken Strukturen geformt werden, die geeignet sind zur Verwendung für Bahn- und Rundschleif-Vorrichtungen, Schleifscheiben, Hochgeschwindigkeits-Polierwerkzeuge und dergleichen. Wenn die Metallteilchen gesintert

werden, fallen sie von der Oberfläche des Materials herunter, wenn sich das Metall verfestigt, während die Schleifmittelteilchen auf der Oberfläche haften bleiben. Die entstehende Struktur ist höchst wünschenswert für Schleifanwendungen.

Extrem kautschukartige Strukturen können hergestellt werden durch Verwendung von kugelförmigen Teilchen, die eine begrenzte Fähigkeit haben, ineinandergreifende Strukturen zu bilden. Die Flexibilität des Produktes scheint hauptsächlich von der Art der Grundmaterialteilchen abzuhängen. Als nächstes beeinflußt die Struktur der mit dem CWM-Verfahren erzeugten kontinuierlichen Bindemittelharzbahn wesentlich die Steifheit der Struktur. Die Eigenschaft dieser Bahn kann wesentlich kontrolliert werden durch Variieren von Druck, Temperatur und Scherspannung, die während der Verarbeitung angewendet werden.

Mit Polytetrafluorethylen beschichtete Stahlluftfilter können hergestellt werden durch Ausbildung von dünnen Folien aus porösem rostfreiem Stahl unter Verwendung des für die Walzenverdichtung von rostfreiem Stahlpulver beschriebenen Verfahrens. Diese Folien aus porösem rostfreiem Stahl können mit einer sehr dünnen Schicht aus Polytetrafluorethylen (PTFE), in einer Dicke von ungefähr 0,5 bis 1,0 μm , beschichtet werden. Diese Beschichtung erzeugt einen hydrophoben Charakter, der es zuläßt, daß die Folie Luft hindurchläßt, aber den freien Durchgang von Wasser bei mäßigen Drücken von 0,069 bar bis 0,138 bar (1 bis 2 psi) oder weniger wirksam verhindert. Die entstehenden Folien können zu Filterbeuteln geformt werden, die geeignet sind für industrielle Anwendungen oder zur Verwendung in Haushalts-Staubsaugern. Da diese Filterbeutel wasserfest sind, können sie sowohl naßes als auch trockenes Schüttgut aufnehmen und die Filter können leicht gereinigt werden, wegen der nicht klebenden PTFE-Oberfläche. Die PTFE-Beschichtung kann entweder vor der Herstellung der Filterbeutel (auf der Originalfolie aus porösem Stahl) aufgetragen werden oder kann auf die endgültige Filtrationsstruktur nach der Herstellung aufgetragen werden. Das PTFE wird aufgetragen unter Verwendung üblicher Methoden, indem die Struktur mit einer Emulsion von PTFE besprüht wird oder in eine Emulsion von PTFE eingetaucht wird und die Beschichtung bei erhöhter Temperatur gehärtet wird.

Die Zugabe von Grundmaterialfasern, wie solchen aus Cellulose, Acrylfaser, Nylon oder Aramid zu der Struktur führt auch zu steiferen Strukturen mit hoher Zugfestigkeit. Es wurde gezeigt, daß bestimmte Addi-

tive, z.B. gebranntes Siliziumdioxid, wenn sie zu der Original-Pulver/Faserformulierung zugegeben werden, die Steifheit des entstehenden Produktes wesentlich verändern. Zum Beispiel erzeugt die Zugabe von 2 Gew.-% gebranntem Siliziumdioxid zu einer Mischung aus Diatomeenerde und EVA-Bindemittel eine Struktur mit wesentlich verbesserter Festigkeit.

Bestimmte Additive können auch als Verarbeitungs-Hilfsmittel dienen. Zum Beispiel erzeugt die Zugabe einer geringen Menge von Polyethylenglykol (PEG) mit einem Molekulargewicht von 400 bis 6000 zu einer Mischung aus rostfreiem Stahl und EVA ein Material, das glatt durch kleine Öffnungen fließt und es wird angenommen, daß solche Mischungen dem Spritzguß zugänglich sind. Das PEG erhöht auch den kautschukartigen Charakter des Produktes, indem es als Gleitmittel innerhalb der Struktur dient und indem es als Weichmacher für die während des CWM-Verfahrens gebildete Bindemittelharzstruktur dient. Die entstehende Struktur ist wie ein starker weicher Kautschuk und das Material kann wie ein Kautschukband gestreckt werden, obwohl es aus mehr als 90 % Pulver aus rostfreiem Stahl zusammengesetzt ist.

Die mit dem CWM-Verfahren der Erfindung hergestellten Zusammensetzungen sind ziemlich verschieden von den Zusammensetzungen, die mit Verfahren des Standes der Technik erzeugt werden. Zum Beispiel sind die Zusammensetzungen der Erfindung gekennzeichnet durch eine kontinuierliche Matrix aus Bindemittelharz, die in geringen Mengen mit großen Mengen an Luft (oder einem anderen atmosphärischen Gas), das die verbleibenden Hohlräume zwischen den Grundmaterialteilchen füllt, vorhanden ist. Die Bindemittelharzstruktur kann leicht in Fasern umgewandelt werden durch Anwendung einer Belastung. Die entstehende Struktur kann eine einzigartige mehrstufige Fibrilierung haben, die viele relativ große und stark belastete Grundmaterialfasern umfaßt, die weiter in Mikrofasern aufspießen. Zusätzlich werden bei den faserigen Zusammensetzungen der Erfindung die Grundmaterialteilchen durch Druck zu einer hochdichten und gleichförmigen Matrix verfestigt mit Bindemittelstegen oder Mikrofasern, die innerhalb der Poren, die zwischen den Grundmaterialteilchen verbleiben, vorhanden sind.

Einige der wünschenswerten Eigenschaften des CWM- und FPB-Verfahrens und der mit dem CWM- und FPB-Verfahren hergestellten Materialien schließen die folgenden ein.

Das Verfahren kann mit großer Geschwindigkeit unter Verwendung einer Standardanlage, die zur Herstellung von Plastikfolien und Teilen verwendet wird, durchgeführt werden. Im Fall einer Walzenverdichtung kann eine kalte Pulvermischung von einem losen Pulver in eine kontinuierliche Folie umgewandelt werden während des Durchgangs durch die Spaltzone der erwärmten Walzen - in weniger als einer Sekunde.

Das Verfahren kann verwendet werden, um fast jedes körnige, pulverförmige oder faserige Material oder irgendeine Mischung dieser Materialien zu immobilisieren ohne Rücksicht auf ihre Eigenschaften, außer daß sie nicht bei der für das CWM-Verfahren verwendeten Temperatur schmelzen.

Ein weiter Bereich an Bindemittelharzen kann in dem CWM- und FPB-Verfahren verwendet werden, von billigen und niedrig schmelzenden Harzen, wie Polyethylen, Polypropylen und dem Copolymer aus Ethylen-Vinylacetat bis zu höher schmelzenden Harzen, wie Nylon, Polycarbonat, Polysulfon etc.. Als Ergebnis können die aus dem Bindemittelharz gebildeten Strukturen die Eigenschaften praktisch jedes gewünschten thermoplastischen Kunststoffs haben.

Das CWM- und FPB-Verfahren erzeugt mikroporöse Strukturen, die für eine Vielzahl von Anwendungen angewendet werden können. Die mit dem CWM-Verfahren gebildeten Bahnen bzw. Stege oder Fasern haben Eigenschaften, die für eine Teilchenfiltration wünschenswert sind und können in teilchenförmigen Filtern verwendet werden. Alternativ sind diese Verfahren kosteneffektive und geeignete Methoden zur Immobilisierung von Pulvern, z.B. aus rostfreiem Stahl, was die Herstellung von komplexen oder sehr feinen dünnen Folien dieser Pulver zuläßt. Später kann das Bindemittel durch Erwärmen des Produktes des CWM-Verfahrens in einem Sinterofen entfernt werden, was eine poröse Folie aus rostfreiem Stahl oder ein Teil aus rostfreiem Stahl zurückläßt.

Das CWM-Verfahren wird mit einer solchen Geschwindigkeit und unter ausreichend schonenden Bedingungen durchgeführt, daß die Integrität und Adsorptionskapazität der Adsorbentien, die innerhalb der Matrix aus Bindemittelharz immobilisiert sind, im wesentlichen unverändert bleibt.

Das Verfahren kann verwendet werden, um Mischungen aus Teilchen herzustellen, die normalerweise nicht kompatibel sind. Zum Beispiel kann eine Mischung aus Ionenaustauschharz und einem magnetischen Pulver aus rostfreiem Stahl vereinigt werden, um magnetische Ionenaustauschharz-

Verbundteilchen zu bilden. Dies wird möglich durch die Entdeckung, daß Bindemittelharzteilchen und die Behandlung mit Spuren Mengen von Tensiden der Alkylethoxylatart stabile Mischungen von Teilchen sehr unterschiedlicher Dichten liefert, die zu einem gleichförmigen Produkt verarbeitet werden können. Alternativ können Sorbensteilchen zu Folien, Platten oder Masseformen geformt werden oder können direkt zu Haltestrukturen (z.B. Patronen oder Druckgefäße) geformt werden. Wenn sie in einem Behälter geformt werden, sind die Teilchen sowohl innerhalb der CWM-Struktur, die spontan während des Formungsverfahrens gebildet wird, eingeschlossen, als auch an den Wänden des Behälters gebunden, um eine Struktur mit hoher Integrität zu bilden, die sich nicht absetzen, nicht verschieben, nicht aushöhlen kann oder einem Abrieb unterliegt.

Die Produkte der CWM-Technik können physikalische Eigenschaften erhalten, die wünschenswert sind für Schleifmittelstrukturen, für Baumaterialien oder für andere Anwendungen mit hoher Belastung. Zum Beispiel kann das CWM-Verfahren verwendet werden, um ein dickes Kissen aus einem harten kautschukartigen Material herzustellen, das 90 Gew.-% oder mehr an Schleifteilchen enthält. Diese können verwendet werden als Schleifkissen für Bahnschleif-Vorrichtungen mit hoher Lebensdauer. Die Scherspannung, die durch die Verwendung erzeugt wird, wandelt die Bahnmatrix in Fasern um, wie oben erklärt. Die so innerhalb der CWM-Schleifstruktur gebildeten Fasern scheinen während des Schleifverfahrens zu vibrieren, was den Eintritt von verunreinigenden Teilchen und Fasern abweist. Dadurch kann das Kissen praktisch unendlich lange ohne Ansammlung von Materialien, die die richtige Funktion des Schleifmittels stören könnten, verwendet werden. Alternativ kann das CWM-Verfahren verwendet werden, um dicke Platten aus billigen Materialien, wie z.B. Sand oder Gips herzustellen, die Strukturen haben, die sich in ähnlicher Weise verhalten, wie Holz bei der Verwendung als Wandpappe, die ohne zu brechen genagelt und bearbeitet werden können. Das CWM-Verfahren kann verwendet werden, um Sägemehl in strukturelle Formen umzuwandeln, die zur Verwendung für den Bau geeignet sind. Abfallmaterialien können zu nützlichen Produkten verarbeitet werden.

Ein Vorteil des erfindungsgemäßen CWM- und FPB-Verfahrens besteht darin, daß es durchgeführt werden kann unter Verwendung einer Vielzahl von modifizierten üblichen Kunststoff-Verarbeitungsanlagen und -techniken,

z.B. Formpressen, Extrusion, Walzenverdichtung und dergleichen, wie im folgenden diskutiert, indem die Verfahrensanlage so modifiziert wird, daß das CWM- und FPB-Verfahren durchgeführt werden kann.

B. Formpressen

Das genaue Verfahren, das zur Herstellung von formgepreßten CWM-Materialien verwendet wird, variiert mit der Größe und Form des gewünschten Produktes und der für die Herstellung ausgewählten Technik. Zum Beispiel wird normalerweise das Formpressen erreicht, indem eine abgemessene Menge der ursprünglichen, nicht verfestigten Pulvermischung in eine erwärmte Form gegossen wird. Wenn der Gegenstand groß ist, wird die Form eine zeitlang vorgeheizt oder kann, wenn sie einmal mit dem Pulver gefüllt ist, wiederum über einen Zeitraum vorgeheizt werden, der ausreicht, damit das Pulver die gewünschte Bearbeitungstemperatur erreicht. Während des Erwärmens wird kein Druck angewendet und es wird keine Anstrengung unternommen, das Pulver zu verfestigen. Das Pulver muß die gewünschte Temperatur haben, bevor Druck und Scherspannung angewendet werden.

Sobald das Pulver die gewünschte Temperatur erreicht hat, wird die Form geschlossen und so schnell wie möglich auf hohen Druck gebracht. Die Ergebnisse des CWM-Verfahrens scheinen von dem maximal erreichten Druck abzuhängen und scheinen nicht wesentlich von der Rate, mit der sich der Druck verändert, abzuhängen. Drücke von ungefähr 551,6 bar (8000 psi) auf die Oberfläche des Teils sind wünschenswert, obwohl Drücke von nur etwa 275,8 bar (4000 psi) noch die einzigartige kontinuierliche Bindemittel-Polymerstruktur bei losen Pulvern erzeugen und bei mehr als 34,47 bar (500 psi) bei großen Körnchen. Je höher der Druck, desto besser sind die Ergebnisse des CWM-Verfahrens.

Sobald der erwünschte Druck erreicht ist, wird der Druck entspannt und das Teil so schnell wie möglich abkühlen gelassen. Sobald das Teil von der erhöhten CWM-Verarbeitungstemperatur unter den Schmelzpunkt des Bindemittelharzes abgekühlt ist, wird es aus der Form ausgeworfen. Alternativ kann das Teil aus der Form ausgeworfen werden, während es heiß ist, muß aber vorsichtig gehandhabt werden, da es weich und formbar bleibt, bis es unter den Schmelzpunkt des Bindemittelharzes abgekühlt ist.

C. Extrusion

Das CWM- und FPB-Verfahren kann in einem modifizierten üblichen Schneckenextruder durchgeführt werden. Um das CWM-Verfahren in einem Extruder durchzuführen, werden die Bindemittelteilchen und die Grundmaterialteilchen oder Fasern zuerst in einem Hochleistungsmischer, z.B. einer Kugelmühle oder einem Schaufelmischer, vermischt. Die Mischung wird in einen modifizierten Schneckenextruder geleitet, der hohe Arbeitsdrücke von bis zu etwa 413,7 bis 1379 bar (6.000 bis 20.000 psi) liefern kann.

Der Extruder wird normalerweise modifiziert um eine Schnecke mit kleinerem Durchmesser innerhalb eines Zylinders zu betreiben, der normalerweise für eine größere Schnecke ausgelegt ist, z.B. zum Betrieb einer Schnecke mit 6,4 cm (2,5 inch) in einem dicken Zylinder, der dazu vorgesehen ist, einem hohen Druck zu widerstehen. Die Schnecke wird so modifiziert, daß die Feststoffe durch hohen Druck in Form eines Pfropfens fließen und sie kann einen Zuführungs-, Verdichtungs- und Dosierbereich haben oder kann ein schneckenbohrerartiges Design haben. Der Zylinder des Extruders wird modifiziert, daß er bei Raumtemperatur arbeitet oder mäßiges vorerwärmt wird und das Pulver wird durch den Zylinder bei einer Temperatur unter der Erweichungstemperatur des Bindemittelharzes transportiert. Wärme, die durch Reibung innerhalb des Zylinders entsteht, wird durch Zirkulieren eines Kühlmittels sowohl durch die Schnecke als auch durch den Zylinder abgeleitet.

Die für die Extrusion von CWM- und FPB-Materialien verwendete Düse ist gewöhnlich in zwei Teilen gebildet, wobei der erste Teil ein Vorerwärmungs- und Formbereich ist und der zweite ein Kühl- und Tiefziehbereich ist. Im ersten Bereich der Düse werden die Dimensionen des Düsen-gesenks auf die Größe und Form des Querschnitts des Endprodukts gebracht, während die Wände der Düse intensiv beheizt werden. Wenn das CWM-Material in den kleinsten Querschnitt der Düse eintritt, unterliegt das Polymer einer intensiven Scherung und einem intensiven Druck bei der geeigneten Temperatur und die Umwandlung des Bindemittels von diskontinuierlichen Teilchen in eine kontinuierliche polymere Struktur findet statt. Der Druck innerhalb dieses Teils der Düse ist normalerweise etwa 413,7 bis 827,4 bar (6.000 bis 12.000 psi) und die Temperatur ist gewöhnlich etwa 25 bis 100°C über dem Schmelzpunkt des Bindemittelpolymers. Nach der Formung kann die Form durch einen Wärmeisolator laufen, der aus einer Keramikplatte besteht und tritt dann in einen zweiten Düsenbereich ein, wo der Querschnitt der

Düse etwas kleiner gemacht werden kann, als die Größe des gebildeten Teils und das Material zu der endgültigen Größe und in die endgültigen Dimensionen gezogen wird. Dieser Bereich der Düse wird intensiv gekühlt und das Tiefziehen dient dazu, den Wärmetransfer zu verbessern. Die gekühlte Form tritt aus der Düse aus und kann durch Besprühen mit Wasser oder kalte komprimierte Luft weiter gekühlt werden.

Hydraulische Strangpressen sind im allgemeinen weniger wünschenswert, obwohl sie hohe Verfahrensdrücke liefern können. Hydraulische Strangpressen arbeiten diskontinuierlich und dies macht das Timing des CWM-Verfahrens schwierig. Wenn das CWM-Material in dem beheizten Bereich der Düse belassen wird, kann das Bindemittel zusammenfließen und die Struktur des Materials schnell zerstören. Das Abkühlen der immobilisierten Form muß schnell und sofort erreicht werden.

Die Extrusionsgeschwindigkeit wird allgemein durch die Erwärmungsrate des Pulvers im Heizbereich der Düse begrenzt. Es wird angenommen, daß die Bildung der kontinuierlichen polymeren Phase in dem "Formungs"-Bereich praktisch sofort stattfindet. Falls das Erwärmen nicht der geschwindigkeitsbegrenzende Schritt ist, dann wird die Geschwindigkeit des Verfahrens durch den Abstand begrenzt, der für das zu formende Pulver erforderlich ist, von der Bohrung des Extruders bis zu der endgültigen Form. Eine zu schnelle Veränderung der Dimensionen der Bohrung führt zu Bearbeitungsdrücken, die größer sind, als die, die in dem Extruder zulässig sind. Eine zu langsame Veränderung der Dimensionen der Bohrung kann sowohl zu einem zu geringen Verarbeitungsdruck, vielleicht unter dem, der erforderlich ist, um das CWM-Verfahren zu aktivieren, als auch einem Verlust der Produktivität und einem Anstieg der Kosten des Extrusionswerkzeuges führen.

CWM-Pulvermischungen enthalten normalerweise Grundmaterialteilchen in einer Menge, die wesentlich größer als 85 % ist und sind im allgemeinen aus einer dreiphasigen Strömung aus festen Teilchen oder Fasern, Bindemittelharzteilchen und Luft zusammengesetzt (die Menge an Bindemittel ist ungenügend, um die Poren zwischen den Grundmaterialteilchen zu füllen und Luft füllt diese Poren). Somit ist der Rückdruck auf den Extruder oft höher als bei Extrudern, die vollständig geschmolzene Materialien verarbeiten. Dieser Rückschritt ist wünschenswert im Fall des CWM-

Verfahrens, wegen der Notwendigkeit, einen Druck zu erreichen, der ausreicht, um das Bindemittel zu aktivieren, um die einzigartige und wünschenswerte kontinuierliche Bindemittelstruktur zu bilden.

Sowohl die Gleichstrommotor-Stromstärke (Drehmoment) als auch der Druck, die innerhalb der der Extruderschneckenspitze benachbarten Zone erzeugt werden, müssen sorgfältig überwacht werden während des Beginns. Wenn das Pulver die Extruderdüse erreicht, wird der Rückdruck ermittelt und das Motordrehmoment steigt an. Wenn alle Bedingungen richtig sind, beginnt das Pulver sich zu verfestigen. Um die Bildung einer verfestigten Struktur zu beschleunigen, kann ein Pfropfen am Ausgang der Düse angeordnet werden, um das Pulver dazu zu zwingen, sich zu verfestigen. Jedoch ist große Sorgfalt erforderlich, wenn eine solche Aktion unternommen wird, da jeder angewendete Druck am Ausgang des Extruders zur Bildung von sehr hohem Druck an der Spitze der Extruderschnecke führt. Wenn der kritische Druck erreicht ist, wird sich das Material verdichten und eine innere Viskosität erreichen, die im wesentlichen unendlich ist. Sobald ein solches "Autoverdichtungs"-Verfahren beginnt, wird das Pulver nicht mehr fließen oder durch die Verdichtungszone der Düse hindurchgehen. Der "Verschluß" des Pulvers wandert schnell in die Extruderschnecke, wenn die Druckwelle sich zurückbewegt bis zum Beschickungsbereich des Extruders. Der Aufbau der Düse und die Betriebsbedingungen müssen exakt eingestellt werden, um ein Produkt zu erhalten mit der gewünschten Enddichte, die im Fall von Aktivkohlefiltern in einem Bereich von 0,57 bis 0,65 g/cm³ liegt. Es ist jedoch gewöhnlich möglich, die Dichte in einem engen Fenster von $\pm 0,005$ g/cm³ zu halten, wenn die Bedingungen in geeigneter Weise eingestellt sind. Die Gleichförmigkeit des Produktes ist daher besser, als die, die mit irgendeinem anderen Verfahren erreicht wird.

Die Betriebsbedingungen, die zum Extrudieren eines Hohlzylinders aus Aktivkohle mit einer Struktur mit erzwungenen punktförmigen Bindungen mit einem äußeren Durchmesser von 6,1 cm (2,40 inch) und einem inneren Durchmesser von 1,9 cm (0,75 inch) ausgewählt werden, müssen alle folgenden Kriterien erfüllen:

1. Die Erwärmungsrate muß so ausgeglichen werden, daß ein vollständiges Erwärmen des Kohlenstoffs während des Durchlaufs durch die Düse erreicht wird und das Pulver bis zum Kern des extrudierten Profils verfestigt wird.

2. Die Kühlrate im Kühlbereich der Düse muß ausreichend sein, um die Struktur zu härten, bevor sie aus der Düse austritt.
3. Die Verdichtungszone in der Verdichtungsdüse dient dazu, die äußere Oberfläche des Kohlenstoffzylinders zu verfestigen und liefert eine gleichmäßige, glatte Oberfläche des Zylinders mit wenig Abrieb. Sie muß genau entlang der Länge der Düse in einer Stellung angeordnet werden, die den zur Erreichung der gewünschten Dichte erforderlichen Rückdruck erzeugt. In diesem Fall wird ein einziger Verdichtungs-"pinch" so nahe wie möglich an der Extruderschnecke angeordnet mit einer Verdichtung von 0,254 cm (0,100 inch) über eine Länge von 2,54 cm (1,00 inch).
4. Das Vorheizen des Kohlenstoffs innerhalb des Extruderzylinders vermindert das an der Düse erforderliche Heizen.
5. Die Beschickungsrate wird begrenzt durch die Fähigkeit der Schnecke, das Kohlenstoffpulver mit sehr geringer Dichte ohne erhebliche Entlüftungseffekte zu bewegen; die Bewegungsgeschwindigkeit des Materials durch die Düse wird daher in diesem Fall durch die Effizienz der Beschickung statt durch den Rückdruck der Düse begrenzt.

Die hier beschriebene Düse ist sehr einfach im Aufbau mit glatten Wänden und stellt nur mäßige Anforderungen an die Verdichtung. Die Verdichtung auf einen kleineren Durchmesser wird nach und nach schwieriger. Außerdem erfordert die Herstellung von extrudierten Profilen mit Querschnitten, die gleich (keine Verdichtung) oder größer (Entspannung) dem der Extruderschnecke sind, einen komplexeren Aufbau der Düse und komplexere Betriebsbedingungen. In diesen Fällen erfordert die Einstellung des Rückdrucks der Düse eine Anfangsexpansion des Pulvers auf eine Dimension, die größer ist als die der endgültig extrudierten Form und dann eine bestimmte Neuverdichtung des Pulvers. Wenn dieses Verfahren jedoch nicht in dem genau richtigen Abstand von der Extruderschnecke erreicht wird, wird die Situation nicht mehr steuerbar und die Kontrolle der Dichte des Teil und des Rückdrucks wird schwierig.

Die Form, die aus dem Extruder austritt, folgt den Toleranzen des Werkzeugs sehr dicht und bei der Verarbeitung sehr feiner Pulver können die äußeren Wände des Teils sehr glatt sein, was durch die Oberfläche des Werkzeugs bestimmt wird. Es wird gefunden, daß die Wand des CWM-Produktes aus Teilchen besteht, die dicht an der Struktur gebunden sind. Es ist sehr schwierig, Teilchen von der äußeren Wand der Materialien, die mit dem CWM-

Verfahren bei hohen Drücken erzeugt wurden, zu entfernen und diese Materialien geben im allgemeinen weder Teilchen noch Fasern frei, außer bei starkem Abrieb. Glatte äußere Wände können erreicht werden, indem in die Struktur vom Äußeren der Düse Wärme injiziert wird. Die Wände des Teils sind am glattesten an der Seite, wo die Wärme in die Struktur eintritt. Solche glatten und dicht gebundenen Wandstrukturen werden nicht beobachtet, wenn der Druck unter den gewünschten CWM-Bereich abfallen gelassen wird und in den FPB-Bereich fällt.

Das entstehende Strangpreßprofil ist normalerweise aus einem Material zusammengesetzt, das ähnlich dem von extrem hartem Kautschuk oder spröder Keramik ist und kann gewöhnlich leicht der Länge nach geschnitten werden mit einem Messer oder durch Scherung, insbesondere wenn die Schnittfläche erwärmt wird. Extrusionsprofile können erzeugt werden aus Strukturen mit vielen Zentimetern Durchmesser bis zu feinen Hohlfasern mit äußeren Durchmessern von ungefähr 1 mm. Die Wände des extrudierten Teils können nur etwa 100 µm dünn sein und das Extrusionsverfahren kann an scharfe Winkel angepaßt werden.

Eine der äußerst ungewöhnlichen Fähigkeiten des CWM-Verfahrens, wenn es in einem Extruder ausgeführt wird, ist die Fähigkeit, einen Gradienten der Bindemittelumwandlung innerhalb des extrudierten Produktes zu erzeugen. Dies scheint das Ergebnis eines entsprechenden Gradienten der Verfahrensbedingungen entlang des Radius der Extrusion zu sein. In dieser Richtung gibt es einen Wärmetransfer, der allgemein von den Wänden des Extrusionswerkzeuges zu der Pulvermischung stattfindet. Zusätzlich entsteht ein erheblicher Gradient des Drucks und der Scherspannung bei der Veränderung der Dimensionen des Extrusionswerkzeuges entlang seiner Länge. Wenn das Ausmaß an Druck und Scherspannung entlang des Radius des Extruders ansteigt, steigt das Ausmaß der Bindemittelumwandlung an. Wenn die äußere Wand des Extrusionswerkzeuges in der Größe unverändert bleibt, aber die innere Größe des Werkzeuges sich verändert z.B. durch ein Gleiten des Pulvers über einen inneren Kern, ist die Umwandlung von Bindemittelteilchen entlang dem Kern des Zylinders wesentlich höher als die im Äußeren des Zylinders. Dieser Gradient der Umwandlung kann verwendet werden, um z.B. eine abgestufte Porendichte in einer als teilchenförmigem Filter zu verwendenden Struktur zu erzeugen und die

entstehende Struktur liefert ein hohes Staubaufnahmevermögen und die Fähigkeit, feine Teilchen mit einem geringen Druckabfall effektiv zu entfernen.

D. Extrusion von Röhren aus Aktivkohle und porösem Metall

Die Extrusion einer festen teilchenförmigen Masse unter Verwendung eines allgemein üblichen Kunststoffextruders ist extrem schwierig. Die Rheologie einer Mischung von festen Teilchen, einschließlich einer unterdosierten Phase von Bindemittelteilchen, die gleichzeitigen Veränderungen bei angewendetem Druck und angewandeter Temperatur unterliegt, ist schwierig in einer analytischen Simulation zu beschreiben. Außerdem steigt die scheinbare Viskosität einer solchen Mischung auf extreme Werte bei hohen Drücken, wo sich die Grundmaterialteilchen zu deformieren beginnen und sich gegenseitig sperren. Die Bindemittelteilchen sind im allgemeinen nicht in einem ausreichenden Volumen vorhanden, um eine fließfähige Phase zu erzeugen, die den Grundmaterialteilchen ein beträchtliches Gleiten oder Schmieren liefern kann.

Aus den vorhergehenden Gründen ist es notwendig, die Teilchenmischung in das endgültige Extruderprofil oder die Form schnell zu bewegen und so, daß eine unkontrollierte Kompression der Teilchen zu einer Masse, die praktisch nicht mehr komprimierbar und unbeweglich wird, zu vermeiden. Ohne große Sorgfalt und ohne genaue Beachtung der Formulierung der Teilchenmischung und des Mischens und des Aufbaus des Extruders und der Extruderdüse, kann ein ungesteuerter Druckausschlag auftreten. Die zu extrudierende Masse kann sich plötzlich in solcher Weise und mit solcher Plötzlichkeit und Geschwindigkeit sperren, daß sie den Extruder zerstören kann. Extreme Sorgfalt ist angebracht, wenn Materialien unter Verwendung dieses Verfahrens extrudiert werden. Jeder Extruder, der für dieses Verfahren vorgesehen ist, sollte einen Extruderzylinder haben mit einer Drucknennleistung, die größer ist als der Druck, der durch die Kombination aus Extruderantrieb und Schnecke erzeugt werden kann. So ist es z.B. nicht ungewöhnlich, daß ein Druckausschlag von mehr als 1379 bar (20.000 psi) in weniger als 2 Sekunden stattfindet, wenn die Bedingungen nicht in dem zugelassenen Betriebsfenster gehalten werden. Die Breite des Betriebsfensters ist im allgemeinen sehr eng für wenig komprimierbare Materialien, wie Aktivkohlepulver und extrem eng für Materialien, wie pulverförmige Metalle.

Es gibt zahlreiche Eigenschaften für jede spezifische Pulvermischung, die eine wesentliche Rolle bei dem hier beschriebenen Extrusionsverfahren spielen. Dies sind: (i) die Komprimierbarkeit des Pulvers bei verschiedenen angewendeten Drücken; (ii) das Ausmaß der Wandreibung an der Extruderdüse bei verschiedenen Drücken, Temperaturen und Winkeln der Pulverströmung bezogen auf die Extruderwand; und (iii) das Ausmaß der inneren Scherung, das erforderlich ist, um das Pulver dazu zu zwingen, die Extruderdüse zu füllen; (iv) ob die extrudierte Form einen Querschnitt hat, der kleiner, größer oder gleich ist dem Querschnitt des Gangs der Extruderschnecke; (v) ob das extrudierte Profil einen dünnen oder dicken Bereich mit hoher oder geringer Festigkeit nach Austreten aus der Extruderdüse hat; (vi) die Eingangs-Erwärmungsrate im heißen Bereich der Extruderdüse; (vii) die Temperatur innerhalb des Kühlbereiches der Extruderdüse; (viii) die Länge der Heiz- und Kühlbereiche der Extruderdüse; (ix) die Temperatur der Extruderzylinderzonen und die Temperatur bei einem Vorheizen des Pulvers vor der Injektion in die Düse; (x) die Drehungsgeschwindigkeit der Schnecke; (xi) gegebenenfalls die Verwendung eines Schiebers beim Speisetrichter, um das Pulver vorzukomprimieren und die Entlüftung innerhalb der Schnecke zu vermindern; (xii) ob die Düse einen stationären oder sich drehenden zentralen Dorn hat; und (xiii) die Anordnung eines "Pinchs" innerhalb der Düse, um den Rückdruck einzustellen und die gewünschte Oberfläche auf der extrudierten Form zu erhalten.

Jede der obigen Variablen muß von einem erfahrenen Betreiber eingestellt werden, um ein befriedigendes Produkt zu erhalten. Bis jetzt wurde noch kein analytisches Verfahren entwickelt, um den genauen Aufbau jeder Extruderdüse anzugeben und diese Düse mit einer gegebenen Pulverformulierung zu betreiben. Stattdessen wurde gefunden, daß die Einstellungen der Verfahrensbedingungen und der Düsendimensionen erforderlich sind, um ein System zu erhalten, das innerhalb eines kleinen Fensters arbeitet, wo der Rückdruck in einem stabilen und annehmbaren Bereich ist, während das Produkt in der vorgesehenen Gleichmäßigkeit und Dichte austritt. Die Einstellungen der Extruderdüse können oft nur 0,025 cm (0,010 inch) sein, um eine dramatische Einstellung des Düsenrückdrucks zu erreichen. Die Betriebsbedingungen, wie die spezifischen Temperaturen, müssen auch in engen Grenzen aufrechterhalten werden, um das Sperren des extrudierten Materials innerhalb der Düse zu verhindern.

E. Walzenverdichtung

Eine große Vielzahl von Materialien können hergestellt werden unter Verwendung des CWM- und FPB-Verfahrens, das mit einem Heißwalzenverdichter durchgeführt wird. Bei einer typischen Umsetzung dieses Verfahrens wird die Mischung aus Grundmaterialteilchen oder -fasern und Bindemittelteilchen unter Verwendung einer horizontalen Schnecke von einem Speisetrichter in eine vertikale Schnecke dosiert, die dazu dient, das Pulver vorzukomprimieren und das Pulver durch die Spaltzone eines Satzes erwärmter Metallwalzen zu zwingen. Das Pulver hat im allgemeinen eine niedrige Temperatur, bis es den Bereich des Walzenspalts erreicht, wo es einer schnellen Erhitzung durch die Wirkung der heißen Walzen unterliegt. Innerhalb des Walzenspalts unterliegt das Pulver einer Scherung, Verdichtung und intensiven Erhitzung und tritt aus den Walzen als kontinuierliches Band, kontinuierliche Folie oder kontinuierliche Platte aus. Die Dicke hängt ab von dem Abstand zwischen den Walzen, der durch eine Abstandsscheibe eingestellt wird, von dem Reibungskoeffizienten des Pulvers gegen die Walzenoberflächen und von der Rate der Pulverzuführung, die durch die horizontale Schnecke erreicht wird.

Die entstehende Folie kann, wenn sie aus Teilchen aus rostfreiem Stahl zusammengesetzt ist, äußerst flexibel sein, wenn die Metallteilchen kugelförmig sind und das Bindemittelharz in einem Anteil von etwa 5 bis 8 Gew.-% vorhanden ist. Eine steife Folie kann hergestellt werden unter Verwendung feiner metallischer Teilchen, die nicht kugelförmig sind und durch Verwendung eines Gehaltes von Bindemittelharz von etwa 3 bis 5 Gew.-%. Wenn Folien aus rostfreiem Stahl durch Walzenverdichtung geformt werden, sind Additive für die Pulvermischung im allgemeinen nicht erforderlich oder wünschenswert. Das Ziel des Verfahrens ist es, eine verfestigte Folie herzustellen, ohne Bindemittel oder Additive, die die gleichmäßige Verfestigung der Struktur wesentlich behindern. Außerdem können Additive die Eigenschaften der Folie aus rostfreiem Stahl negativ beeinflussen, sobald sie bei erhöhten Temperaturen gesintert wird, um das Bindemittel zu entfernen und die Teilchen aus rostfreiem Stahl durch direkte Diffusion zu verbinden.

Die Folien aus dem mit dem CWM- und SPB-Verfahren erzeugten Produkt, wenn das Verfahren an einem Heißwalzenverdichter durchgeführt wird, können sehr dünn und gleichmäßig sein. Die unten angegebenen Beispiele

beschreiben Pilotdurchläufe dieses Verfahrens, bei denen Folien aus Pulver aus rostfreiem Stahl hergestellt wurden, die nur 100 µm dick waren (ungefähr 8 Teilchen breit), gleichförmig und ohne Nadellöcher. Folien, die nur zwei Teilchen dick sind, können routinemäßig hergestellt werden und haben eine Gleichmäßigkeit mit einer Varianz von 15 %, gemessen mit Wasserporometrie. Folien mit einer Dicke von 10 bis 12 Teilchen sind üblicherweise gleichmäßig mit einer Varianz von 3 %. Solche Folien, die jeweils eine andere Formulierung der Teilchen aus rostfreiem Stahl haben, können später kombiniert werden, um eine Struktur mit abgestufter Dichte zu bilden, die mehrere Schichten aus rostfreiem Stahl umfaßt, die von grob bis fein variieren. Solche Folien können auf einer mäßig beheizten Kalandervalze zu einer einzigen dicken Folie oder Platte vereinigt werden, die anschließend gesintert werden kann, um eine Struktur zu erzeugen mit einer im wesentlichen abgestuften Porendichte und einem potentiell hohen Staubaufnahmevermögen, wenn sie als poröses Filtrationsmedium verwendet wird. Während des Kalanderns können die Folien vereinigt werden mit einem Drahtnetzträger, um Strukturfestigkeit, Unterstützung und Steifheit zu liefern.

Dünne Folien aus mit CWM immobilisiertem rostfreiem Stahl können gesintert werden, um Filtrationsmedien herzustellen. Alternativ kann, wie es der Fall bei den meisten unter Verwendung des CWM-Verfahrens hergestellten Produkten ist, daß Bindemittelharz als funktioneller Teil der Struktur bleiben. Zum Beispiel können metallische oder kohlenstoffhaltige Teilchen innerhalb der dünnen Folien immobilisiert werden unter Verwendung von hydrophoben Bindemittelteilchen, die unter Verwendung des CWM-Verfahrens in eine Polymerbahn oder Polymerfasern umgewandelt werden. Solche Strukturen, die aus metallischen Teilchen zusammengesetzt sind, die innerhalb einer Matrix aus hydrophoben Bahnen oder Fasern immobilisiert sind, können als Batterieelektroden, Membranen oder katalytische Oberflächen verwendet werden.

Hochporöse Folien aus pulverförmigem Metall können unter Verwendung des hier beschriebenen Verfahrens hergestellt werden. In einigen Fällen können die Folien aus pulverförmigem Metall nur zwei Teilchen dünn sein, so daß man nach dem Sintern in einem Ofen mit kontrollierter Atmosphäre tatsächlich die Struktur sehen kann, wenn sie nahe ans Auge gehalten wird. In anderen Fällen können die Folien eine Porengröße von weniger als 1 µm haben und können nur 100 µm dünn sein. In anderen Fällen kann die

Biiegsamkeit der Folie verbessert werden durch Zugabe von Metallfasern. Wegen der physikalischen Bedingungen, die in einem Walzenverdichter vorliegen, werden die Metallfasern in der Folie untergetaucht und die Oberflächen sind vollständig aus gleichmäßigen Fasern aus pulverförmigem Metall zusammengesetzt, wobei der Metalldraht an der Oberfläche der Folie nicht sichtbar ist.

Das entstehende "grüne" Material kann zwischen Schichten aus Keramik gestapelt werden und in einem Wasserstoffofen bei erhöhter Temperatur gesintert werden, um gesinterte Metallfolien herzustellen. Mehr als ein Bindemittel kann verwendet werden, um eine zweistufige Verdampfung der Bindemittel innerhalb des Vorheizbereiches des Tunnelofens zu verursachen. Auf diese Weise kann das Bindemittel in Stufen verdampft werden, um eine zu schnelle Entwicklung von Bindemitteldämpfen zu verhindern, die die Struktur des metallischen Materials zerstören können. In einigen Fällen kann die Dicke einer Folie aus walzenverdichtetem gepulvertem Metall weiter vermindert werden durch Zugabe eines festen Gleitmittels, z.B. Lithiumstearat oder Stearinsäure, zu der Pulverformulierung. Jedoch neigen solche Zugaben dazu, die Festigkeit der entstehenden Folie zu vermindern.

Da die Folien aus Material, das mit dem CWM- und FPB-Verfahren hergestellt wurde, einfach hergestellt werden, indem eine Pulvermischung durch beheizte Walzen durchläuft, ist die Wirtschaftlichkeit bei der Produktion dünner und gleichmäßiger Folien aus solchen Materialien sehr günstig. Außerdem wird für solche dünnen Folien ein Minimum des teuren Rohmaterials verwendet und es erfolgt nur ein geringer Druckabfall, weil sie so extrem dünn und gleichmäßig sind. Da sie so dünn sind, können mehrere Schichten vereinigt werden, um mäßig dicke Folien zu bilden, die eine äußerst wünschenswerte Variation der Porengröße in die Tiefe haben. Beispiele für die Walzenverdichtung sind unten angegeben. In der Praxis können Folien aus dünnem rostfreiem Stahl in Raten von etwa 46 cm (1,5 Fuß) pro Sekunde hergestellt werden, sodaß große Mengen eines solchen Materials an einem gegebenen Produktionstag geliefert werden.

F. Mögliche Verwendung der Produkte

Materialien, die mit CWM- und FPB-Verarbeitung erzeugt wurden, sind geeignet für eine große Vielzahl von Anwendungen einschließlich: Herstellung von geformten Teilen aus rostfreiem Stahl, die bei hohen Temperaturen bearbeitet werden können, um komplexe, poröse oder nicht

poröse Metallteile zu bilden; Herstellung von Filtrationsstrukturen, die Mischungen aus Bindemittelfasern oder -bahnen und Grundmaterialfasern oder -teilchen enthalten, und Bildung von Strukturen mit abgestufter Porendichte; Herstellung von Sorbensstrukturen, wie geformten, extrudierten oder auf der Walze verdichteten Formen von pulverförmigen und körnigen Aktivkohlen, Silicageltrockenmitteln, aktivierten Aluminiumoxiden, Ionenaustauschharzen und Mischungen verschiedener Sorbenteilchen; Herstellung von porösen metallischen Hohlfasern als Membranträger, metallischen flachen Folienmembranträger und anderen porösen metallischen Strukturen für die Formung von Polymermembranen, verschiedenen porösen Metallfiltrationsstrukturen und Strukturen, die als Sprinkler, Schalldämpfer oder Lager nützlich sind und für andere Anwendungen, die poröse metallische Strukturen erfordern; Herstellung von Faserstrukturen für Filtrationsanwendungen; Herstellung von Faser- und Teilchenverbundmaterialien zur Verwendung als Baumaterialien, z.B. immobilisierter Sand mit den physikalischen Eigenschaften einer harten Folie aus Kunststoff, der geeignet ist als Verbundplatte, oder immobilisierte Sägespäne, die zu harten und dauerhaften Strukturformen umgebildet werden, die für Konstruktionsanwendungen geeignet sind; Herstellung von Schleifmitteln, die als Folien, Blöcke und dicke Strukturen immobilisiert werden, zur Verwendung für Schleif- und Mahlanwendungen, in Industrie, Haushalt und im Handel oder Herstellung von Mischungen von Metallpulver und Schleifmittelteilchen, die kombiniert und immobilisiert werden und dann gesintert werden, um metallgebundene Schleifmittel zu bilden; Herstellung von kontinuierlichen, nahtfreien porösen Röhren aus mineralischen oder metallischen Materialien zur Verwendung bei der Bewässerung, insbesondere der Tropfbewässerung und Herstellung von geformten und extrudierten keramischen Grünkörpern unter Verwendung eines Hochgeschwindigkeitsverfahrens, das ein gleichmäßiges und zuverlässiges Brennen zulässt.

Viele andere Anwendungen und potentielle Produkte können in Betracht gezogen werden unter Verwendung der CWM- und FPB-Technologie.

Pulver und Stäube, die oft gefährlich sind, z.B. Lithiumhydroxid, das in Atemkreisläufen verwendet wird, kann zu porösen Materialblöcken immobilisiert werden, die keine potentiell toxischen Teilchen mehr abgeben.

Die CWM- und FPB-Technologie ist einzigartig in ihrer Geschwindigkeit und Vielseitigkeit. Es ist oft möglich, immobilisierte Strukturen in wesentlich weniger als einer Sekunde innerhalb praktisch jeder Matrix herzustellen. Die Geschwindigkeit des Verfahrens läßt eine Hochgeschwindigkeitsherstellung von dünnen Folien als immobilisierten Teilchen oder Fasern zu. Außerdem wurde gezeigt, daß das CWM- und FPB-Verfahren das Verfaulen empfindlicher Sorbensteilchen vermeidet und bei ausreichend niedrigen Temperaturen durchgeführt werden kann, um die Verarbeitung von wärmeempfindlichen Materialien zuzulassen.

VII

B e i s p i e l e

Eine große Vielzahl von Strukturen wurden hergestellt unter Verwendung von Formpreß-, Extrusions- und Walzenverdichtungsverfahren. In mehreren Fällen wurden Formulierungen entwickelt für Spritzgußanwendungen. In der ganzen Beschreibung beziehen sich alle Teile und Gewichtsprozentangaben auf das Gewicht der Gesamtzusammensetzung und alle Temperaturen sind in °C, wenn nicht anders angegeben.

A. Formpressen von Pulver aus rostfreiem Stahl

B e i s p i e l 1

Eine Mischung von 95,2 % rostfreiem Legierungsstahl 410 (P410L-20) mit einer mittleren Teilchengröße von 12 µm (geliefert von Ametek, Powdered Metals Division, Eighty-Four, Pennsylvania) wurde mit 4,8 Gew.-% FE532 Ethylen-Vinylacetat-(EVA)-Copolymer (Warenzeichen "Microthene", ein eingetragenes Warenzeichen von U.S.I. Chemicals, Inc.) vermischt. Letzteres war das Bindemittelharz und ersteres waren die Grundmaterialteilchen. Die zwei Pulver wurden vereinigt und sorgfältig mit der Hand vermischt, um eine äußerst gleichmäßige Mischung herzustellen. Die Pulvermischung wurde dann in eine zylindrische Formpreßdüse mit einem Durchmesser von 1,3 cm (0,5 inch), die in einem Ofen mit natürlicher Luftumwälzung auf eine Temperatur von ungefähr 210°C vorgeheizt worden war, gebracht. Eine Menge der Mischung wurde in die Form gegeben und schnell auf einen Druck von 551,6 bar (8.000 psi) verdichtet. Das in der Form gebildete Pellet wurde sofort ausgestoßen und abkühlen gelassen. Es wurde gefunden, daß das entstehende Pellet eine mäßige Festigkeit und

einen mäßigen Umwandlungsgrad von Bindemittelharz in eine kontinuierliche Form zeigte. Das Formpreßverfahren ist im allgemeinen für alle Pulvermischungen gleich, wenn ein gegebenes Bindemittelharzteilchen verwendet wird. Jedoch können Variationen in Temperatur und Druck verwendet werden, um Veränderungen im Ausmaß und Charakter der kontinuierlichen Bindemittelharzstruktur, die gebildet wird, der Länge und dem Durchmesser der Fasern, die gebildet werden, wenn die vervollständigte Struktur einer Belastung ausgesetzt wird, und den Zug-, Verdichtungs- und elastischen Eigenschaften des Endproduktes zu erzeugen.

Dieses Verfahren wurde wiederholt unter Verwendung einer Vielzahl von pulverförmigen Materialien aus rostfreiem Stahl der Legierungen 304, 316 und 410 mit Maschengrößen von bis zu 100 Mesh. Die Formen schlossen eine Hohlzylinderformdüse ein, um geformte Zylinder (Rohre mit kurzer Länge) mit einer Wanddicke von 1,2 mm und einer ausgezeichneten Festigkeit zu formen, ebenso wie Formen mit anderen Durchmessern und Formen. Die in diesen Formen erzeugten Grünteile wurden in einem üblichen Wasserstoffofen gesintert, um poröse oder volldichte Materialien herzustellen.

B e i s p i e l 2

Eine Mischung, die aus 90,9 % Pulver aus rostfreiem Stahl P410L-20 zusammen mit 9,1 Gew.-% FE532 EVA bestand, wurde in einem Preßwerkzeug gepreßt, wie in Beispiel 1 beschrieben, mit 551,6 bar (8.000 psi) und 210°C. Das entstehende Pellet war außergewöhnlich fest und kautschukartig, hatte eine hohe Zugfestigkeit und das Bindemittelharz schien fast vollständig in eine kontinuierliche Polymerbahn umgewandelt zu sein.

Wie in den folgenden Vergleichsbeispielen 3, 4 und 5 gezeigt, erzeugen Bindemittelgehalte von etwa 3 % oder weniger kein befriedigendes Produkt.

Vergleichsbeispiel 3

Eine Mischung, die aus 99 % rostfreiem Stahlpulver P410L-20 und 1 % FE532 EVA bestand, wurde, wie in Beispiel 1 beschrieben, verarbeitet bei 551,6 bar (8.000 psi) und 210°C. Das entstehende Pellet war weich und zerbröckelnd und zerkrümelte leicht.

Vergleichsbeispiel 4

Eine Mischung, die aus 98 % rostfreiem Stahlpulver P410L-20 und 2 % FE532 EVA bestand, wurde, wie in Beispiel 1 beschrieben, bei 551,6 bar (8.000 psi) und 210°C verarbeitet. Das entstehende Pellet war weich und zerbröckelnd und zerkrümelte leicht.

Vergleichsbeispiel 5

Eine Mischung, die aus 97 % rostfreiem Stahlpulver P410L-20 und 3 % FE532 EVA bestand, wurde, wie in Beispiel 1 beschrieben, bei 551,6 bar (8.000 psi) und 210°C verarbeitet. Das entstehende Pellet war weich und zerbröckelnd und zerkrümelte leicht.

B e i s p i e l 6

Eine Mischung wurde formuliert, die aus 89,4 Gew.-% P410L-20, 3,6 Gew.-% FE532 und 7 Gew.-% Polyethylenglykol 600 MW (PEG 600) bestand. Die erzeugten Pellets, die, wie in Beispiel 1 beschrieben, bei 551,6 bar (8.000 psi) und 210°C hergestellt worden waren, enthielten eine kontinuierliche Polymerstruktur, es fehlte ihnen aber an Festigkeit.

B e i s p i e l 7

Eine Mischung wurde formuliert, die aus 86,5 Gew.-% P410L-20 gemischt mit 6,5 Gew.-% FE532 und 7 Gew.-% PEG 600 bestand. Die entstehenden Pellets, die wie in Beispiel 1 beschrieben bei 551,6 bar (8.000 psi) und 210°C hergestellt worden waren, enthielten im wesentlichen eine kontinuierliche Polymerstruktur und waren außerordentlich fest und kautschukartig.

B e i s p i e l 8

Eine Mischung wurde formuliert, die aus 84,5 % P410L-20 vermischt mit 6,4 % FE532 und 9,1 Gew.-% PEG 600 Polyethylenglykol 600 MW bestand. Die entstehenden Pellets, die wie im Beispiel 1 beschrieben bei 551,6 bar (8.000 psi) und 210°C hergestellt worden waren, waren überwiegend in eine kontinuierliche Struktur umgewandelt, sehr fest und kautschukartig und flossen durch eine kleine Öffnung in einer Art und Weise, die sie zur Verwendung für Spritzgußanwendungen geeignet machte.

B e i s p i e l 9

Es wurde eine Mischung formuliert, die aus 82,7 % P410L-20, 6,25 % FE532 und 11,1 % PEG 600 bestand. Die entstehenden Pellets, die wie in Beispiel 1 beschrieben bei 551,6 bar (8.000 psi) und 210°C hergestellt wurden, waren in eine kontinuierliche Form ungewandelt, sehr fest und kautschukartig und flossen leicht durch eine kleine Öffnung in einer solchen Weise, die sie zur Verwendung für Spritzgußanwendungen sehr geeignet machte.

B e i s p i e l 10

Eine Mischung wurde formuliert, die aus 91,2 % P410L-20, 1,8 % FE532 und 7 % PEG 600 bestand. Die entstehenden Pellets, die wie in Beispiel 1 beschrieben bei 551,6 bar (8.000 psi) und 210°C hergestellt wurden, enthielten eine kontinuierliche Polymerstruktur, waren aber nicht fest.

B e i s p i e l 11

Pellets, die in Beispiel 2 hergestellt wurden, wurden mit einer Vielzahl von Duftstoffen getränkt, die in Alkohol und Lösungsmitteln auf Wasserbasis formuliert wurden (z.B. Chloé-Parfüm, ARAMIS men Cologne, AZZORO men Cologne und dergleichen). Die entstehenden Pellets wurden mehrere Wochen an der frischen Luft gelassen und behielten den Duftstoff über einen längeren Zeitraum. Dies zeigt, daß der mikroporöse Charakter der Pellets es zuläßt, sie möglicherweise für die langsame Abgabe flüchtiger Duftstoffe, Insektizide, Pheromone, Pharmazeutika und anderer Materialien zu verwenden.

B e i s p i e l 12

Pellets, die wie in Beispiel 1 hergestellt wurden, wurden in einem Vakuumofen gesintert und untersucht. Die Dimensionen der Pellets (Durchmesser und Höhe) waren um 8 % vermindert und die metallurgischen Eigenschaften waren annehmbar.

B. Formpressen von Silicagelen

B e i s p i e l 13

Mischungen wurden hergestellt aus körnigem Silicagel (#2509 Sigma Chemical Company), zusammen mit 8 % FE532 EVA, sowohl mit als auch ohne 15 Gew.-% P410L-20 rostfreiem Stahl, der als Verarbeitungshilfsmittel

diente (um der Mischung eine verbesserte Wärmeübertragung zu vermitteln). Die entstehenden Mischungen wurden in eine Düse mit einem Durchmesser von 0,5 inch (1,3 cm) gegeben und bei 551,6 bar (8.000 psi) Druck und 210°C verarbeitet. In beiden Fällen war das entstehende Material krümelig und bildete keine feste, sehr zugfeste Struktur. Das Erhöhen des Bindemittelgehaltes auf 8,8 % führte zu einem festeren, kautschukartigen Material mit einem mäßigen Umwandlungsgrad in eine kontinuierliche Polymerstruktur.

B e i s p i e l 14

Es wurden Mischungen hergestellt aus körnigem Silicagel (#4883, Sigma Chemical Company) zusammen mit 8 Gew.-% FE532 EVA, 15 Gew.-% P410L-20 rostfreiem Stahlpulver und einer Spur (ungefähr 0,5 %) gebranntem Siliciumdioxid Cab-O-Sil. Das entstehende Pellet wurde, wie in Beispiel 13 beschrieben, bei 551,6 bar (8.000 psi) Druck und 210°C geformt, was ein festes und kautschukartiges Produkt mit einer kontinuierlichen Polymerstruktur lieferte, die leicht durch angewendete Belastung in kleine Fasern umgewandelt werden konnte. Pellets, die unter Verwendung dieser Formulierung und dieser Verfahrensbedingungen hergestellt worden waren, wurden 30 Minuten lang in einen Ofen mit 210°C gestellt. Die Pellets, die aus dem Ofen genommen wurden, hatten ihre Zugfestigkeit vollständig verloren, hatten die Farbe von hellgrau zu braun verändert, hatten einen leichten Geruch und zeigten keine kontinuierliche Struktur, als sie unter einem Mikroskop untersucht wurden, und lieferten keine Fasern, wenn sie einer Belastung ausgesetzt wurden.

B e i s p i e l 15

Es wurde eine Mischung hergestellt aus körnigem Silicagel #4883 zusammen mit 8 Gew.-% FN500 Polyethylen-Bindemittelpulver und 15 Gew.-% P410L-20 rostfreiem Stahlpulver. Sie wurde bei 551,6 bar (8.000 psi) Druck und 210°C, wie in Beispiel 13 beschrieben, geformt. Die entstehende Form war brüchig und klebrig, während sie heiß war, und schwer von der Form zu trennen. Das Weglassen des rostfreien Stahls führte zu einem Produkt mit einer kontinuierlichen Bindemittelharzstruktur, einem kautschukartigen Charakter, langen wellenartigen Fasern, die durch Belastung erzeugt wurden, einer ausgezeichneten Festigkeit und guten Formtrenneigenschaften.

B e i s p i e l 16

Es wurde eine Mischung hergestellt aus #4883 Silicagel zusammen mit 9,3 % Polyethylenoxid (Union Carbide, Polyox WSR Qualität, 5.000.000 MW) und, wie in Beispiel 13 beschrieben, bei 210°C und 551,6 bar (8.000 psi) ($562,48 \text{ kg/cm}^2$) in dem Standard-Preßwerkzeug mit 0,5 inch (1,3 cm) Durchmesser verarbeitet. Die Pellets erinnerten an weichen Sandstein und krümelten leicht. Eine zweite Mischung, die 16,8 % Polyethylenoxid enthielt, zeigte ähnliche Eigenschaften. Das Material wurde nur wenig in die kontinuierliche Form umgewandelt und die Pellets zersetzten sich schnell in deionisiertem Wasser. Pellets, die aus einer Mischung von Silicagel und 23 % Polyethylenoxid bei einer Temperatur von 230°C und einem maximalen Druck von ungefähr 689,5 bar (10.000 psi) hergestellt wurden, zeigten eine erhebliche Umwandlung in die kontinuierliche Form mit einer Mischung sowohl von großen als auch von kleinen Fasern, die durch angewendete Belastung erzeugt wurden. Das Pellet war sehr fest und steif.

C. Immobilisierte Ionenaustauschharze

B e i s p i e l 17

Eine Reihe von Tests wurden durchgeführt mit einer Mischung von 20 Gew.-% P410L-20 rostfreiem Stahl, 10 % FE532 EVA Bindemittelharz, wobei der Rest der Mischung aus IRA-64 pulverförmigem Styrol-Divinylbenzol-Ionenaustauschharz bestand. Die Komponenten wurden sorgfältig in der Masse vermischt unter Verwendung einer modifizierten Kugelmühle, die aus einem umflochtenen Kunststoffballon mit 5 Gallonen, in dem 2 Sätze von Stäben aus rostfreiem Stahl mit Gewinde der Länge nach angeordnet waren und der mit mehreren Pfund zylindrischen Mahlkugeln aus Carborundum mit ungefähr 2,5 cm (1 inch) Durchmesser und 2,5 cm (1 inch) Höhe gefüllt war. Es wurde gefunden, daß dieser modifizierte Mischer eine einzigartige Wirkung erzeugte, wobei der Aufprall der Mahlmedien auf die Stäbe mit Gewinde ein Mischen unter hoher Scherung der gepulverten Inhaltsstoffe erzeugte und zu einer schnellen Deagglomerierung des Bindemittelharzes führte. Ohne die Stahlstäbe erzeugte die Kugelmühle wenig Aufprall auf das Bindemittelharz und die Dispersion der Bindemittelaggregate wurde nicht erreicht.

Die entstehende Mischung bestand aus pulverförmigen Materialien, was ein Staubproblem lieferte, wenn sie zuerst dem Mischer zugegeben wurde. Als sie jedoch unter der Einwirkung der speziellen oben beschriebenen

Mühle vereinigt und vermischt wurden, hatte die entstehende Mischung eine wesentlich verminderte Staubeigenschaft und konnte leichter gehandhabt werden.

Eine Reihe von Pellets wurden unter Verwendung dieser Mischung hergestellt, um den Einfluß der Temperatur auf das CWM-Verfahren zu untersuchen. Die Pellets wurden hergestellt bei Vorheiztemperaturen von 200°C, 190°C, 185°C und 175°C. All diese Temperaturen liegen gut über dem Schmelzpunkt des FE532 EVA Bindemittelharzes mit 110°C und gut oberhalb den Temperaturen, die vorher im Stand der Technik für die Verbindung von Teilchen empfohlen wurden.

Es wurden Tests durchgeführt unter Verwendung der Formpreßdüse mit einem Durchmesser von 0,5 inch (1,3 cm) und bei einem angewendeten Druck von 551,6 bar (8.000 psi), die zeigten, daß Pellets, die bei 200°C hergestellt wurden, die kontinuierliche Polymerbahn in hoher Dichte enthielten. Pellets, die bei 190°C hergestellt wurden, zeigten eine verminderte Festigkeit, aber immer noch erhebliche Volumina an kontinuierlichem Bindemittelharzmaterial. Pellets, die bei 185°C hergestellt wurden, hatten eine wesentlich verminderte Festigkeit und eine geringe Dichte an kontinuierlichem Material. Bei 170°C zerkrümelten die gebildeten Pellets sofort und es gab keinen Hinweis auf eine kontinuierliche Polymerstruktur. Es ist klar ersichtlich, daß Temperaturen, die gut oberhalb des Schmelzpunktes des Bindemittelharzes liegen, erforderlich sind, um das CWM-Verfahren zu erreichen und die gewünschte kontinuierliche Bindemittelharzstruktur herzustellen. Solche Temperaturen liegen beträchtlich über denen, die bisher von anderen Forschern verwendet wurden, ebenso wie die Drücke, die während des CWM-Verfahrens verwendet werden.

B e i s p i e l 18

Es wurde eine Mischung hergestellt aus CG-400 Styrol-Divinylbenzol-Ionenaustauschharz mit quaternären Ammoniumfunktionen (Rohm & Haas Co., Philadelphia, PA), das aus einem feinen Pulver mit 100 bis 400 Mesh zusammengesetzt war, mit 17 Gew.-% FE532 EVA-Bindemittelharz. Es wurden Pellets hergestellt, wie in Beispiel 17 beschrieben, bei 551,6 bar (8.000 psi) und 210°C. Die Pellets waren kautschukartig und das Bindemittel war im ganzen Pellet in eine kontinuierliche Phase umgewandelt.

Ein Test wurde durchgeführt an einem formulierten Pulver, das aus 8 Gew.-% FE532 EVA, 15 Gew.-% P410L-20 rostfreiem Stahlpulver zusammengesetzt war, wobei der Rest CG-400 Ionenaustauschharz war. Die Pellets wurden, wie in Beispiel 17 beschrieben, durch Formpressen bei 551,6 bar (8.000 psi) und bei verschiedenen Temperaturen hergestellt, um die Möglichkeit zur Bildung einer kontinuierlichen Struktur bei geringen Temperaturen zu untersuchen.

Bei 195°C waren die aus der obigen Formulierung hergestellten Pellets fest und steif, wobei das Bindemittel zum größten Teil in die kontinuierliche Form umgewandelt war und sie waren stabil, wenn sie in Wasser eingetaucht wurden. Bei 170°C waren die Pellets kautschukartig, hatten aber eine geringere Zugfestigkeit und waren wesentlich weniger umgewandelt. Bei 155°C waren die Pellets schwach und zerkrümelten leicht und es war keine kontinuierliche Struktur zu beobachten. Versuche, Pellets bei 135°C zu formen, führten zu einem Pulver ohne Kohäsion. Die Pulvermischung fiel aus der Form in vollständig unverfestigter Form nach einem Pressen bei Drücken bis zu 551,6 bar (8.000 psi). Dies zeigt, daß das CWM-Verfahren Temperaturen erfordert, die gut über dem Schmelzpunkt des Bindemittelharzes liegen, wobei das Bindemittel bei einer Temperatur unter 135°C schmilzt, obwohl diese Temperaturen abhängig von den angewendeten Formulierungen variieren können.

Eine Formulierung, die aus 15 % FE532 EVA, 8 % P410L-20 rostfreiem Stahl und dem Rest aus CG-400 Ionenaustauschharz bestand, wurde bei verschiedenen Vorheiztemperaturen und, wie in Beispiel 17 beschrieben, bei 551,6 bar (8.000 psi) in der Formpreßdüse mit 1,3 cm (0,5 inch) Durchmesser verarbeitet. Die Ergebnisse waren ein annehmbarer Umwandlungsgrad bei 180°C und überhaupt keine Umwandlung bei 155°C. Bei letzterer Temperatur verfestigte sich das Pulver überhaupt nicht.

B e i s p i e l 19

Eine Probe aus Dowex 50WX8 Styrol-Divinylbenzol-Ionenaustauschharz mit Sulfonsäurefunktionen mit einer Teilchengröße von 200 bis 400 Mesh (Dow Chemical, Midland, Michigan) wurde eine Stunde bei 80°C getrocknet und dann mit 17 Gew.-% FE532 EVA-Bindemittel vermischt. Die entstehende Mischung wurde, wie in Beispiel 17 beschrieben, unter Verwendung der Form-

preßdüse mit 1,3 cm (0,5 inch) Durchmesser bei 551,6 bar (8.000 psi) Druck und einem Vorheizen auf 210°C verarbeitet, um ein Pellet herzustellen, das im wesentlichen umgewandelt war und eine harte kautschukartige Konsistenz hatte.

B e i s p i e l 20

Es wurde eine zweite Mischung hergestellt, die aus 8,8 % FE532 EVA-Bindemittelharz, 8,8 % P410L-20 rostfreiem Stahlpulver und dem Rest 50WX8-Ionenaustauschharz bestand. Es wurden Pellets hergestellt, wie in Beispiel 17 beschrieben, bei 551,6 bar (8.000 psi) und einem Vorheizen auf 210°C, die extrem fest und stark umgewandelt waren. Das Erhöhen des Gehalts an rostfreiem Stahl in dieser Formulierung auf 15 Gew.-% erhöhte den Umwandlungsgrad und die Festigkeit des entstehenden Pellets weiter.

B e i s p i e l 21

Eine Mischung aus IRP-64 gepulvertem makrovernetztem Styrol-Divinylnbenzol-Ionenaustauschharz mit Carbonsäurefunktionen mit 8 Gew.-% FE532 EVA Bindemittelharz und 12 % SW-10, geschnittenen Cellulosefasern (Manville Sales Corporation, Denver, Colorado) wurde, wie in Beispiel 17 beschrieben, durch Vorheizen auf 210°C und bei einem Druck von 551,6 bar (8.000 psi) in der Formpreßdüse mit 1,3 cm (0,5 inch) Durchmesser verarbeitet. Die entstehenden Pellets waren sehr fest, quollen aber, wenn sie in Wasser eingetaucht wurden, langsam, zeigten einen Verlust der Zugfestigkeit und zerbrachen teilweise.

Eine zweite Formulierung, die aus 8 Gew.-% FE532 EVA und 17,5 % SW-10 Cellulosefasern und dem Rest IRP-64 gepulvertem Ionenaustauschharz bestand, die, wie in Beispiel 17 beschrieben, durch Vorerwärmen auf 210°C und bei einem Druck von 551,6 bar (8.000 psi) verarbeitet wurde, lieferte eine Reihe von Pellets, die wesentlich fester waren, intakt blieben und ihre Zugfestigkeit behielten, wenn sie längere Zeit in deionisiertes Wasser eingetaucht wurden.

B e i s p i e l 22

IRA-64 gepulvertes Ionenaustauschharz wurde mit 10 % geschnittenen Acrylfasern und 10 % FE532 EVA Bindemittelharz vereinigt und, wie in Beispiel 17 beschrieben, bei 551,6 bar (8.000 psi) und 210°C verarbeitet, um extrem feste Pellets herzustellen, die, wenn sie längere Zeit in

deionisiertes Wasser eingetaucht wurden, stabil waren. Acrylfasern werden als besser unterstützende Fasern angesehen, als Cellulosefasern, da ihre Struktur weniger quillt. Diese Pellets waren äußerst porös und schienen eine annehmbare Kombination aus Ionenaustausch- und Filtrations-Medium zu sein.

D. Geformte Formulierungen aus Diatomeenerde

B e i s p i e l 23

Proben aus sehr feinen bis groben Qualitäten von Diatomeenerde wurden von Manville Sales Corporation (Fibers and Minerals Division, Denver, Colorado) erhalten. Diese schlossen die Celitearten 500, 501, 512, 545 und 577 ein. Pellets, die wie in Beispiel 17 beschrieben bei 210°C und 551,6 bar (8.000 psi) in der Formpreßdüse mit 1,3 cm (0,5 inch) Durchmesser hergestellt wurden, zeigten nur eine begrenzte Festigkeit, wenn sie als direkte Mischungen von Diatomeenerde und FE532 EVA bei Konzentrationen bis zu 40 Gew.-% formuliert wurden. Die Hauptursache des begrenzten Erfolges dieser Formulierungen schien die unvollständige Verteilung des Bindemittelharzes in der Diatomeenerde zu sein.

Eine erweiterte Reihe von Tests wurde durchgeführt mit Celite 512 vermischt mit FE532 EVA Bindemittelharz in einem Behälter, der heftig mit Caborundum-Mahlkugeln bewegt wurde. Die Formulierungen wurden verändert durch Erhöhen der Mengen von gebranntem Siliciumdioxid Cab-O-Sil. Eine Formulierung aus Celite 512, die 25 % FE532 EVA und 4 % gebranntes Siliciumdioxid enthielt, zeigte eine extreme Festigkeit, einen hohen Umwandlungsgrad und eine gute Naßfestigkeit.

Eine grobe Qualität von Diatomeenerde, Celite 545, wurde mit steigenden Mengen von FE532 EVA Bindemittel und gebranntem Siliciumdioxid vermischt. Eine Formulierung dieses Materials mit 8 % FE532 EVA und 4 % gebranntem Siliciumdioxid, verarbeitet, wie in Beispiel 17 beschrieben, bei 551,6 bar (8.000 psi) und 210°C, zeigte die gewünschten physikalischen Eigenschaften bezüglich Festigkeit, Steifigkeit und Naßfestigkeit. Die grobe Qualität von Celite erforderte wesentlich weniger Bindemittelharz, um eine erfolgreiche Formulierung zu formen.

B e i s p i e l 24

Celite 545 wurde mit 10 Gew.-% geschnittenen Acrylfasern (geliefert von Cuno, Incorporated, Meriden, CT) und 10 Gew.-% FE532 EVA Bindemittelharzpulver vereinigt. Die Mischung wurde 3 Minuten in einer Hochleistungs-Trockenzerkleinerungsmühle verarbeitet, um eine faserförmige Masse mit gebundenem pulverförmigem Material herzustellen. Obwohl die Komponenten nicht sehr gleichförmig erschienen, als sie auf diese Weise verarbeitet wurden, konnten sie, wie in Beispiel 17 beschrieben, bei 210°C und 551,6 bar (8.000 psi) Druck in der Standard-Formpreßdüse mit 1,3 cm (0,5 inch) verarbeitet werden, um Pellets mit extrem hoher Festigkeit herzustellen. Die Pellets waren äußerst porös und behielten ihre Festigkeit, sogar, wenn sie mehrere Wochen lang in deionisiertes Wasser eingetaucht wurden. Sehr dünne Strukturen konnten aus dieser Formulierung erzeugt werden und eine dünne, flache Folie des Materials scheint ein ausgezeichnetes Filtrationsmedium zu sein. Es wurde gefunden, daß Acrylfasern in Wasser nur gering quellen und ein viel stabileres Filtrationsmedium liefern, als Medien auf Basis von Cellulosefasern. Außerdem ist die Acrylfaser eine billige und geeignete Quelle für Fasern mit Industriequalität, die für Filtrationsanwendungen geeignet sind. Die obige Formulierung erzeugt ein Medium, das eine geschätzte Filtrationsleistung bis zu 1 µm liefern kann, wenn es mit einer Wanddicke von 1 mm hergestellt wird.

E. Schleifmittelstrukturen

B e i s p i e l 25

Eine Mischung aus feinen Glasperlen mit 100 bis 170 Mesh wurde mit 20 Gew.-% FE532 EVA Bindemittelharz vereinigt und, wie in Beispiel 17 beschrieben, bei 210°C und 551,6 bar (8.000 psi) verarbeitet, um eine extrem zähe und kautschukartige Schleifmittelstruktur herzustellen, die wirksam war bei Schmirgelversuchen an Holz, Acryl und Aluminiummetall. Eine ähnliche Mischung, die 10 % FE532 EVA Bindemittelharz enthielt, war auch eine wirksame Schleifmittelstruktur, zeigte aber eine etwas geringere Festigkeit. Beide wurden als annehmbare feine Schleifmittelstrukturen bewertet, die auf eine Polyesterfolie beschichtet werden konnten und in einen Schwingschleifer montiert werden konnten. Die Strukturen werden langsam während der Verwendung abgetragen, um darunterliegende Schichten mit zusätzlichem Schleifmittel freizulegen. Somit ist ihre Betriebsdauer

ziemlich lang. Außerdem schwingt die flexible Struktur in einem Schwingschleifer um angesammelte Schneidabfälle zu verschieben. Diese wandern zur Kante des Kissens, wo sie ausgeworfen werden. Zusätzliche Formulierungen zeigten, daß mit 10 bis 20 % FE532 EVA annehmbare Schleifsysteme erzeugt werden. Ein Bindemittelharz mit höherem Schmelzpunkt wäre jedoch für ein kommerzielles Produkt wünschenswert. Außerdem können Additive, wie gebranntes Siliciumdioxid eine Verringerung der erforderlichen Menge an Bindemittelharz zulassen, wobei gleichzeitig ein etwas weniger kautschukartiges Material mit einer verbesserten Abriebbeständigkeit erzeugt wird.

B e i s p i e l 26

Schleifstrukturen wurden hergestellt aus Mischungen von 40 % körnigem Schleifmittel (Siliciumcarbid), 40 % kugelförmigen Glasperlen, 10 % FE532 EVA Bindemittelharz, 10 % SW-10 Cellulosefasern und 1 % gebranntem Siliciumdioxid Cab-O-Sil. Die Verfahrensbedingungen waren 210°C bei 551,6 bar (8.000 psi) Druck in der Formpreßdüse mit 1,3 cm (0,5 inch) Durchmesser, wie in Beispiel 17 beschrieben. Formulierungen ohne gebranntes Siliciumdioxid zeigten eine schlechte Verteilung des Bindemittelharzes und eine extrem schlechte Umwandlung. Die entstehenden Schleifstrukturen konnten gehärteten Stahl schnell polieren und zeigten eine ausgezeichnete Leistung bei Rost- und Zunder-Entfernungstests. Die Leistung war ungefähr gleich wie die, die von grobem üblichem Schmirgelpapier geliefert wird.

F. Verbundmaterial enthaltend polymeres Ionenabsorptionsharz

B e i s p i e l 27

Zwei Proben aus polymerem technischem thermoplastischen Harz mit unbekannter Zusammensetzung, das als "Polyketon" bezeichnet wird, wurden von Shell Chemical Company, Houston, Texas geliefert. Eine Probe, bezeichnet mit 15917-142-000, bestand aus einem sehr feinen Pulver, während die zweite Probe, bezeichnet als 15917-142-023, aus einem feinkörnigen Material bestand. Es war erwünscht, eine Struktur aus diesen Proben herzustellen, die im wesentlichen mikroporös sein sollte. Es wurde berichtet, daß ein vorhergehender Hinweis gezeigt hatte, daß solche Pulver die Fähigkeit haben, Ionen zu komplexieren und Ionen aus Wasser zu entfernen. Da die Komplexierungsreaktion kein übliches Ionenaustauschverfahren ist, sondern das Einfangen des Ions an einem nicht geladenen Basispolymer

beinhaltet, werden sowohl das Ion, das direkt komplexiert wird, als auch das Gegenion eingefangen, um die Ladungsneutralität aufrechtzuerhalten. Mit anderen Worten wird mit einem einzigen Harz sowohl die Entfernung von Kationen als auch Anionen durchgeführt.

Außerdem ist die Komplexierungsreaktion energetisch weniger begünstigt als die stärkere Ionenaustauschreaktion. Daher wird angenommen, daß die Komplexierung der eingefangenen Ionen wesentlich durch eine Veränderung der Temperatur beeinflusst wird. Die Adsorption ist äußerst wirksam bei Raumtemperatur, aber es gibt eine erhebliche Desorption der adsorbierten Ionen bei erhöhter Temperatur. Ein solches Material kann in einem Ionenaustausch-Temperatur-Schwing-Adsorptions-(TSA)-Zyklus verwendet werden, um eine kontinuierliche Deionisierung von Betriebswasser zu erreichen. Da die Desorption der eingefangenen Ionen durch den Durchgang von erhitztem Wasser durch das verbrauchte Harz erreicht wird, kann tatsächlich die potentielle Wirtschaftlichkeit des Verfahrens wesentlich besser sein, als es unter Verwendung üblicher Ionenaustauschharze mit Säure- und Base-Desorptionszyklen möglich ist.

Das Problem bei dem vorliegenden Polyketonharz besteht darin, daß es nur als feines Pulver oder feinkörniges Material erhältlich ist mit einer zu feinen Größe, um in einem üblichen Wasserreinigungssystem mit tief axial fließendem Wasser verwendet zu werden. Das Polymer ist auch nicht porös und die Komplexierungsreaktion findet nur an der Oberfläche des Harzes statt und nicht innerhalb von Mikro- und Mesoporen innerhalb der Harzteilchen. Somit ist ein fein verteiltes Harzpulver stark bevorzugt für ein Ionenkomplexierungsverfahren. Außerdem ist ein Mittel zur Formung des Pulvers zu einer gleichmäßigen und relativ dünnen Struktur erforderlich, um das Ionenkomplexierungsverfahren mit einem angemessen geringen Druckabfall durchzuführen. Eine mikroporöse Struktur, die das vorgeschlagene Komplexierungsharz enthält, ist daher erforderlich.

Das 15917-142-000-Pulver wurde in einem Hochleistungs-Trockenzerkleinerungsmischer 3 Minuten lang mit 10 Gew.-% geschnittenen Acrylfasern und 10 Gew.-% FE532 EVA Bindemittelharz vermischt. Das entstehende Material war ziemlich gleichmäßig und erzeugte, als es, wie in Beispiel 17 beschrieben, bei 210°C und 551,6 bar (8.000 psi) Druck verarbeitet wurde, ein Pellet, das fest und porös war und seine Integrität behielt, wenn es längere Zeit in Wasser eingetaucht wurde.

Eine identische Formulierung auf Basis des körnigen Polyketonmaterials 15917-142-023, das unter identischen Bedingungen verarbeitet wurde, führte zu Pellets, die außergewöhnlich fest und porös waren und mehrere Wochen in deionisiertem Wasser vollständig intakt blieben. Beide Proben des Polyketons könnten in einen Faserverbund eingearbeitet werden, um ein Medium zu liefern, das für die Herstellung von Ionenadsorptionspatronen geeignet erscheint.

B e i s p i e l 28

Polyketon-Kunststoffharz 15917-142-023 wurde mit 10 Gew.-% P410L-20 rostfreiem Stahlpulver und 10 % FE532 EVA Bindemittelharz vermischt und, wie in Beispiel 17 beschrieben, bei 210°C und 551,6 bar (8.000 psi) Druck verarbeitet, um feste, poröse Pellets herzustellen, die stabil waren, wenn sie längere Zeit in deionisiertes Wasser eingetaucht wurden. Die Verarbeitung von 15917-142-023 allein bei diesen Bedingungen führte zu Pellets ohne Kohäsion oder Festigkeit, die sofort zerkrümelten. Die Verarbeitung von 15917-142-023 mit 5 % FE532 EVA Bindemittelharz unter den gleichen Bedingungen erzeugte auch ein schwaches Pellet mit ungenügender Festigkeit. Nachfolgende Versuche mit einer Formulierung aus 15917-142-023, die 10 % P410L-20 rostfreies Stahlpulver, 10 % FE532 EVA Bindemittelharz und 10 % 15917-142-000 pulverförmigen Polyketonkunststoff enthielt, zeigten, daß solche Pellets wesentliche Mengen des extrem feinen Pulvers beinhalten könnten, ohne einen wesentlichen Verlust an Festigkeit, obwohl die Porosität wesentlich vermindert ist.

G. Immobilisierung von Aktivkohle

B e i s p i e l 29

Eine Probe von Aktivkohle mit 12x30 Mesh aus Kokosnußschale (Westates Carbon) wurde mit 5 % FE532 EVA Bindemittelharz vermischt und, wie in Beispiel 17 beschrieben, bei 210°C (30 Sekunden Vorerhitzung) und 103,42 bar (1.500 psi) Druck, der auf die Formpreßdüse mit 0,5 inch (1,3 cm) Durchmesser ausgeübt wurde, verarbeitet. Die entstehende Struktur war ein kohäsives Material mit mäßiger Zugfestigkeit und beträchtlicher Druckfestigkeit. Eine zweite Probe dieser formulierten Mischung wurde in einer Formpreßdüse mit 2,5 cm (1 inch) Durchmesser bei 137,9 bar (2.000 psi) Druck und 210°C (30 bis 60 Sekunden Vorerhitzung) verarbeitet. Das entstehende Material war ähnlich dem bei gleichen Bedingungen in der

kleineren Düse hergestellten. Diese Formulierung kann wertvoll sein für die Luftfiltration zur Herstellung von Atemfilterpatronen oder für große Rahmenfiltrationsanwendungen. Dieses Material wurde als geeignet angesehen zur Herstellung von großen geformten Strukturen. Das entstehende Material zeigte nur gelegentlich Bereiche von kontinuierlichem Polymer und dann nur an den Kontaktpunkten zwischen den relativ großen Körnern von Aktivkohle. Der Rest des Bindemittelharzes schien an der Oberfläche des Kohlenstoffs zu bleiben.

Unter Verwendung einer 30,5 cm x 30,5 cm x 2,5 cm (12 inch x 12 inch x 1 inch) großen tiefen Form wurden große Platten mit 12 x 30 Mesh BPL (bituminösem) Kohlenstoff (Calgon Corporation, Pittsburgh, PA) hergestellt unter Verwendung eines Drucks von 68,95 bar (1.000 psi). Solche großen Platten wurden zu leichten Blechrahmen geformt, die als Filterpatronen dienten.

B e i s p i e l 30

Eine Probe von Aktivkohle auf Basis von Fettkohle mit 20 x 50 Mesh wurde mit 5 % FE532 EVA Bindemittelharz vermischt und die entstehende Mischung wurde, wie in Beispiel 17 beschrieben, bei 137,9 bar (2.000 psi) Druck bei 60 Sekunden langem Vorheizen auf 210°C in der Formpreßdüse mit 2,54 cm (1 inch) Durchmesser verarbeitet. Das entstehende Material war wesentlich fester als das in Beispiel 29 hergestellte und schien für Flüssigfilteranwendungen geeignet zu sein. Diese Mischung wurde als geeignet angesehen zur Herstellung von großen geformten oder extrudierten Strukturen. Das entstehende Material zeigte eine kontinuierliche Struktur nur an den Kontaktpunkten zwischen den relativ großen Aktivkohlekörnern. Der Rest des Bindemittelharzes schien an der Oberfläche des Kohlenstoffs als Pulver zu bleiben.

B e i s p i e l 31

Eine Reihe von geformten Aktivkohlestrukturen wurde hergestellt unter Verwendung eines Satzes von Düsen mit verschiedenen Querschnitten, einschließlich festen Zylindern mit 5,1 cm (2 inch) Durchmesser und Hohlzylindern mit 6,4 cm (2,5 inch) O.D. und 2,5 cm (1 inch) I.D.. Größere Strukturen mit bis zu 7 inch Höhe wurden in diesen Düsen geformt unter Verwendung eines Drucks von ungefähr 137,9 bar (2.000 psi) und einer Temperatur von 210°C. Das Verfahren beinhaltete, daß die Düse vorerwärmt

wurde und eine Mischung von Aktivkohleteilchen (20 x 50 oder 80 bis 325 Mesh für Betrieb mit Flüssigkeiten), die 5 bis 9 Gew.-% FE532 EVA Bindemittelharz enthielt, zugegeben wurde und durch sorgfältiges Hochleistungsmischen verteilt wurde. Die entstehenden geformten Strukturen waren fest, zeigten aber nur eine begrenzte oder keine kontinuierliche Struktur des Bindemittelharzes. Jedoch waren die Strukturen wertvoll und konnten bei wäßrigem Betrieb als Adsorbensfilter längere Zeit verwendet werden.

B e i s p i e l 32

in gerader kreisförmiger Zylinder aus Aktivkohle mit 6,1 cm (2,40 inch) O.D. und 1,9 cm (0,75 inch) I.D. wurde extrudiert unter Verwendung eines auf Bestellung angefertigten Extruders mit einer 6,4 cm (2,500 inch) Schnecke mit einem Verhältnis L:D von 10:1. Der Zylinder war so ausgelegt, daß er einen Berstdruck von mehr als 2.758 bar (40.000 psi) und einen Betriebsdruck von 1.379 bar (20.000 psi) hatte. Die Schnecke wurde von einem speziellen hochdrehenden Räderuntersetzer mit geringer Geschwindigkeit angetrieben, der mit einem 14,71 kW (20 PS) Gleichstrommotor verbunden war. Der Zylinder war mit drei Heiz/Kühlzonen versehen. Die erste war ein üblicher Beschickungsbereich, wo Pulver von der Schnecke aufgenommen wurde. Die zweite und dritte Zone waren aus spiralförmigen Vertiefungen innerhalb des schweren Zylinders zusammengesetzt, wobei Kühlflüssigkeit durch die Vertiefungen floß. Übliche Wärmeübertragungssysteme wurden als ungenügend angesehen, um Wärme in und aus dem Zylinder zu transportieren, wegen der dicken Wände. Der Zylinder endete, ohne daß eine Stauscheibe vorgesehen war, wobei die Schneckenspitze mit dem Ende des Zylinders fluchtete.

Um einen Zylinder aus Aktivkohlepulver mit einem hohlen Kern zu extrudieren, wurde eine Schnecke mit einem üblichen Schneckenbohreraufbau und mit einer Ganghöhe von 1,65 cm (0,650 inch) verwendet. Die Schnecke war hohl, um ein Kühlen oder Erwärmen zuzulassen und die Spitze endete mit einem Gewindeloch, um ein linksgängiges Gewinde mit 1,9 cm (0,75 inch), 32 TPI (12,6 Umdrehungen/cm) aufzunehmen, um die Verwendung einer Schneckenverlängerung zuzulassen. Die Schnecke war so aufgebaut, daß sie mit 1.448 bar (21.000 psi) scherte, um eine Zerstörung des Extruders im Fall eines Druckaufbaus zu verhindern.

Eine Düse wurde hergestellt mit einem 2,54 cm (1,000 inch) dicken Flansch, der die Schnittstelle bildete für die Stirnfläche des Extruderzylinders unter Verwendung von 6 schweren Bolzen. Der Flansch war mit einem zentralen Loch versehen, das mit dem 6,35 cm (2,500 inch) Durchmesser der Extruderschnecke zusammenpaßte und glatt über eine Dicke von 6,1 cm (2,40 inch) Durchmesser paßte. Der Teil des Flansches mit dem Durchmesser von 6,1 cm (2,40 inch) wurde ausgerichtet und mit einem 45,7 cm (18 inch) langen schweren Rohr mit einem I.D. von 6,1 cm (2,40 inch) und einem O.D. von 10,16 cm (4,00 inch) verschweißt. Das Innere des Rohrs wurde sorgfältig abgezogen, damit es außergewöhnlich glatt war, um die Wandreibung zu minimieren. Die ersten 25,4 cm (10 inch) des Rohrs benachbart zu dem Flansch waren mit Banderhitzern versehen, deren Heizrate mit einem variablen Wandler kontrolliert wurde. Die letzten 15 cm (6,00 inch) waren um 0,64 cm (0,25 inch) unterschritten und mit einer Metallkappe versehen, um einen Hohlraum zu liefern, durch den Kühlmittel zirkuliert werden konnte. Die Temperatur des Kühlmittels konnte kontrolliert werden unter Verwendung eines wärmegeregelten Kühlmittel-Zirkulationssystems.

Eine Schneckenverlängerung wurde vorgesehen, die aus einer Bohrstange mit einem Durchmesser von 1,9 cm (0,750 inch) bestand mit einem 32 TPI linksgängigen Gewinde, das in das Gewindeloch der Schnecke paßte. Die Schneckenverlängerung wurde unterschritten, damit die Schneckenverlängerung eine Scherkraft ausübt in dem Fall eines Druckaufbaus und um ein stärkeres Abziehen der Schneckengänge zu verhindern. Die Schneckenverlängerung war 61 cm (24 inch) lang und erstreckte sich, als sie installiert war, ungefähr 13 cm (5 inch) aus der Düse.

Diese Düse wird "Druckdüse" genannt, da der Querschnitt des extrudierten Teils kleiner ist als der Querschnitt der Extruderschnecke. Die Verdichtung des Materials tritt in diesem Fall in einer einzigen Stufe innerhalb des Flansches der Düse auf und so nah wie möglich an der Schneckenspitze. Der Beschickungsbereich des Extruders wurde in Betrieb auf ungefähr 10°C (50°F) gehalten, Zone 1 auf 49°C (120°F) und Zone 2 auf 82°C (180°F). Die Schnecke wurde auf der gleichen Temperatur gehalten, wie der Beschickungsbereich. Die Schneckendrehung wurde auf 4 Upm eingestellt. Die Eingangsleistung für den beheizten Bereich der Düse wurde auf ungefähr 2 kW gehalten. Die Temperatur des gekühlten Bereiches der Düse wurde auf 49°C (120°F) gehalten.

Aktivkohlepulver mit TOG-Qualität (Calgon Carbon, Pittsburgh, PA), 80 bis 325 Mesh, wurde mit ausreichend Bindemittelharz (Polyethylen-Qualität 510, U.S.I. Chemical) vermischt, um 15 Gew.-% Bindemittel zu liefern. Die Aktivkohle war ausreichend trocken, um eine Dampfbildung zu verhindern. Die Pulver wurden in einem Schaufelmischer mehrere Stunden lang gemischt, bis eine stabile aggregierte Mischung erhalten wurde. Das Pulver wurde dann dem Extruder zugeführt nach einer einstündigen Vorheizperiode für den Extruder. Der gewünschte Aktivkohlezylinder wurde erfolgreich extrudiert.

H. Walzenverdichtung von Pulver aus rostfreiem Stahl

B e i s p i e l 33

Insgesamt 18 kg (40 Pfund) P410L-20 rostfreier Stahl wurden mit ausreichend FE532 EVA Bindemittelharz vermischt, um insgesamt 5 Gew.-% Harz zu liefern. Die entstehende Mischung wurde in der vorher beschriebenen modifizierten Hochleistungskugelmühle verarbeitet, um eine äußerst gleichmäßige Mischung zu liefern. Dieses Material wurde auf einem Fitzpatrick Walzenverdichter (Chicago, Illinois) mit einem Satz von Verdichtungswalzen mit 20,3 cm (8 inch) Durchmesser und einer Breite von 5,1 cm (2 inch), der für den Betrieb bei wesentlich erhöhten Temperaturen modifiziert war, verarbeitet. Die Modifikationen schlossen die Herstellung und den Einbau von PTFE-Walzendichtungen, den Einbau von Heißluftherzern, die erhitzte Luft auf die Walzen des Verdichters leiteten, und eine Reihe von Messern zum Abstreifen der Folie aus immobilisiertem Material von den Rollen ein.

Die Walzen wurden unter Verwendung von Luft mit ungefähr 300 bis 350°C, die direkt auf die flachen Walzen aus rostfreiem Stahl gerichtet wurde, die bei 6 bis 8 Upm betrieben wurden, erhitzt. Zwischen die Walzenträger wurde ein Abstandhalter gebracht, um zwischen den Walzen einen Abstand von ungefähr 200 µm zu schaffen. Der Druck auf die Walzen wurde so eingestellt, daß geschätzte 689,5 bis 1.379 bar (10.000 bis 20.000 psi) an der Walzenoberfläche aufrechterhalten wurden. Das System schloß eine horizontale Schnecke zum Dosieren des Pulverstromes auf eine vertikale Schnecke, die eine Vorverdichtung und Entlüftung des Pulvers lieferte und direkt das Pulver durch die Spaltzone des Verdichters zwang, ein. Eine heiße aber verfestigte Folie aus immobilisiertem rostfreiem Stahl trat aus den Walzen aus und kühlte innerhalb von 91 bis 122 cm (3

bis 4 Fuß) auf ihrem Weg von den Walzen ab. Sobald sie abgekühlt war, konnte die Folie ohne Bedenken bezüglich einer Deformierung gehandhabt werden.

Das Produkt war, als es mit etwa 689,5 bar (10.000 psi) an der Walzengrenzschicht bearbeitet wurde, eine Folie mit ungefähr 200 bis 250 µm Dicke, mit einer extrem gleichmäßigen Porenstruktur, als sie unter dem Elektronenmikroskop und Lichtmikroskop untersucht wurde. Sie enthielt eine hohe Dichte an kontinuierlichem polymerem Material, wie durch Untersuchung einer abgerissenen Kante gezeigt wurde. Die Folie war steif und spröde und zeigte Spannungsrisse, wenn sie wiederholt in einem starken Winkel abgebogen wurde. Jedoch konnte die Folie leicht gehandhabt werden und konnte bis zu einem erheblichen Winkel elastisch gebogen werden. Die entstehende Folie setzte keine Teilchen aus Metall frei, sogar wenn sie heftig auf einem weißen Blatt Papier gerieben wurde. Die geschätzte Nennleistung bezüglich der Teilchenentfernung der rostfreien Stahlfolie, wenn sie als Teilchenfilter verwendet wird, ist ungefähr 1 µm.

B e i s p i e l 34

Eine zweite Probe der Mischung von Beispiel 33 wurde unter im wesentlichen gleichen Bedingungen aber bei einem Druck von ungefähr 1379 bar (20.000 psi) an der Walzengrenzfläche, verarbeitet. Diese Folie war ungefähr 100 bis 120 µm dick und sehr flexibel, blieb aber anfällig für Spannungsrisse bei wiederholtem Biegen. Das Material war höchst gleichmäßig und mikroporös mit einer hochdichten regelmäßigen Anordnung von Teilchen und einer durchschnittlichen Foliendicke von 12 Teilchen. Diese extrem dünne Struktur wurde als geeignet angesehen zur Verwendung als eine von mehreren Schichten in einem mehrschichtigen Medium mit abgestufter Porendichte, das aus einzelnen Folien aus feinen und groben Teilchen besteht, die so zusammengefügt sind, daß sie einen Porengrößengradienten in die Tiefe des Mediums hin liefern und ein verbessertes Staubaufnahmevermögen zulassen.

B e i s p i e l 35

Eine Probe der Formulierung von Beispiel 34 wurde auch zu einem Pellet formgepreßt, wie in Beispiel 17 beschrieben, bei 210°C und 551,6 bar (8.000 psi) Druck und bei 1100°C (Vakuumofen mit Stickstoffatmosphäre bei geringem Druck) 30 Minuten lang gesintert zusammen mit Probefolien des auf

dem Walzenverdichter hergestellten Materials. Die Ergebnisse waren metallische Folien und Pellets, die ungefähr 12 % in linearen Dimensionen nach dem Sinterverfahren schrumpften. Die Pellets waren dicht verfestigt. Die flachen Folien erwärmten sich sehr schnell und es war notwendig, sie langsam bis auf ungefähr 600°C zu erhitzen, um die Bildung von Blasen zu vermeiden, während das Bindemittel entfernt wurde. Ein hoher angewandeter Druck während der Herstellung verursacht, daß die metallische Struktur stabil bleibt, wenn das Bindemittel entfernt wurde. Das entstehende gesinterte Material behält die Form und Integrität des ursprünglichen geformten oder walzengeformten Materials.

B e i s p i e l 36

Ein weiteres mit der Walze verdichtetes Produkt aus rostfreiem Stahl wurde hergestellt aus rostfreiem Legierungsstahl 410, der von Hoeganaes Company geliefert wurde und aus Teilchen bestand, die durch ein 325 Mesh Sieb paßten. Dieses wurde mit 8 Gew.-% FE532 EVA Bindemittelharz vereinigt unter Verwendung der in Beispiel 33 angegebenen Betriebsbedingungen und einem Druck zwischen den Walzen von 689,5 bar (10.000 psi). Unter diesen Bedingungen war die entstehende Folie ungefähr 200 bis 250 µm dick, extrem kautschukartig und sehr flexibel und frei von Spannungsrissen, sogar wenn sie wiederholt gefaltet wurde. Mehr Sorgfalt mußte aufgebracht werden, wenn diese flexiblen Folien gesintert wurden, um eine schnelle Entwicklung von Gasen als Ergebnis der Entfernung von Bindemittelharz zu vermeiden. Der Vorteil dieser Formulierung war ihre Fähigkeit, frei gebogen zu werden und wie flexibles Papier bearbeitet zu werden, ohne ein Brüchigwerden oder einen Bruch befürchten zu müssen. Folien mit einer Dicke von 250 µm können leicht hergestellt werden und diese bieten ein exzellentes Filtrationsmedium und eine Trägerschicht für Folien aus feineren rostfreien Stahlpulvern.

Komplexe Strukturen aus rostfreiem Stahl können hergestellt werden, indem mehrere Metallfolien vereinigt werden, die in den vorhergehenden Beispielen hergestellt wurden, mit immobilisierten Teilchen aus rostfreiem Stahl mit verschiedenen Durchmessern. Durch Vereinigen einer Reihe von groben und feinen Strukturen aus rostfreiem Stahl dienen die groben Materialien als Vorfiltrationsstrukturen für die darunterliegende sehr feine Filtrationsstruktur aus rostfreiem Stahl. Dies erhöht die Schmutzlebensdauer des Filtermediums beträchtlich.

Ein übliches Verfahren zur Herstellung solcher Strukturen besteht darin, die verschiedenen Folien auf einer mäßig erwärmten Kalandrierwalze zu vereinigen. Es ist auch möglich, die dünnen Folien aus rostfreiem Stahl, die mit dem CWM-Verfahren gebildet wurden, mit metallischen Drahtträgern zu vereinigen. Diese können auch unter Verwendung einer Kalandrierwalze vereinigt werden. Mehrere Folien aus verschiedenen Qualitäten von rostfreiem Stahl können auch gleichzeitig mit einem Trägermetallsieb vereinigt werden, um eine komplexe Struktur mit geringen Kosten und ohne komplizierte Ausstattung oder Technik zu liefern. Außerdem läßt das Verfahren einen enormen Bereich von formulierten Filtermedien mit abgestufter Porengröße zu, die aus einer begrenzten Anzahl von Folien aus spezifischen rostfreien Stahlmaterialien hergestellt wurden.

I. Herstellung von porösen Graphitfolien

B e i s p i e l 37

Sehr dünne, 0,005 bis 0,030 cm (0,002 bis 0,012 inch) Folien aus Graphit wurden hergestellt durch Walzenverdichtung einer Mischung von Graphit (8 µm durchschnittlicher Teilchendurchmesser, W.R. Grace & Co.) mit 12 Gew.-% Polyethylenbindemittel 510. Diese Pulver wurden in einer Hochleistungskugelmühle, wie vorher beschrieben, vermischt. Die entstehende Mischung wurde auf einem Walzenverdichter mit glatten Walzen mit einem Durchmesser von 15 cm (6 inch) und einer Breite von 15 cm (6 inch) verarbeitet. Der zwischen den Walzen angewendete Druck wurde als hydraulischer Druck von 165,48 bar (2.400 psi) auf einem 13 cm (5 inch) großen hydraulischen Zylinder erzeugt. Die Temperatur der Walzen war 120 bis 150°C. Unter diesen Bedingungen wurde eine kontinuierliche Folie aus einem graphitbeladenen Film erzeugt mit ungefähr 29 % Porosität und mit Poren, die allgemein kleiner als 1 µm waren. Der entstehende Film kann gehandhabt werden, ist aber nicht sehr fest, wenn er in einer Dicke von weniger als 0,013 cm (0,005 inch) hergestellt wird. Dies bedeutet, daß Materialien mit Strukturen, ähnlich wie Graphit, zu sehr dünnen und äußerst gleichmäßigen porösen Folien unter Verwendung dieses Verfahrens verarbeitet werden können.

J. Herstellung von Verbundteilchen

B e i s p i e l 38

Verfestigte Mischungen von normalerweise nicht kompatiblen Pulvern können hergestellt werden unter Verwendung der CWM-Technologie und, sobald diese Pulver innerhalb einer stabilen Matrix immobilisiert sind, kann das Material granuliert werden, um Verbundteilchen herzustellen. Zum Beispiel wurde eine Mischung aus 20 Gew.-% P410L-20-Pulver, 10 Gew.-% FE532 EVA-Bindemittelharz und 70 Gew.-% IRA-64-Ionenaustauschharzpulver (Rohm & Haas Company, Philadelphia, PA) in einer modifizierten Hochleistungskugelmühle vermischt, um eine gleichmäßige Mischung von Pulvern zu liefern, die keine Tendenz zeigte, sich in Fraktionen mit hoher und niedriger Dichte aufzutrennen. Es wurde gefunden, daß obwohl die Stahlteilchen fast siebenmal dichter sind als das Ionenaustauschpulver, die Bindemittelteilchen die Stabilität der Mischung erhalten. Obwohl die ursprünglichen reinen Pulver sehr staubig sind, wird das Staubproblem im wesentlichen ausgeräumt, wenn sie vermischt werden. Die entstehende Pulvermischung läßt sich auch leicht gießen.

Die formulierte Mischung aus Pulvern wurde durch Walzenverdichtung verarbeitet unter Verwendung eines Drucks von 689,5 bar (10.000 psi) an der Walzengrenzfläche und einer hohen Walzentemperatur, die unter Verwendung von heißer Luft erzeugt wurde. Das entstehende Produkt war eine gleichmäßige Materialfolie, die ungefähr 300 µm dick war, die sowohl die Ionenaustauscheigenschaften des IRA-64-Harzes als auch die ferromagnetischen Eigenschaften des rostfreien Stahlpulvers der Reihe 410 behielt. Dieses Material kann weiter verarbeitet werden mit einem üblichen Granulator, um die dünne Materialfolie zu körnigem Material zu zerkleinern. Das körnige Material ist geeignet zur Verwendung als ferromagnetisches Ionenaustauschharz, das in spezialisierten, Chromatographie-systemen zur Auftrennung von Chemikalien und Biochemikalien verwendet werden kann. Falls erwünscht, können die granulierten Produktteilchen kugelförmig gemacht werden unter Verwendung verschiedener Methoden, z.B. durch Marumerisieren.

Andere Verwendungen der Erfindung ergeben sich für den Fachmann auf diesem Gebiet leicht. Zum Beispiel könnte das Verfahren der Erfindung an das Zweistufenspritzgießverfahren angepaßt werden. Bei einer solchen Anwendung könnte ein Metallschaft in eine Form gebracht werden und ein

Schleifkissen darumherum geformt werden. Das Kissen könnte mit einem Poliergleitmittel getränkt werden, das in die poröse Matrix absorbiert würde.

In einer anderen Variation können massive Teile auf die erforderliche CWM-Temperatur nur in einem begrenzten Abstand von der äußeren Oberfläche erhitzt werden. Die Anwendung von Druck und Scherspannung wandelt dann das Bindemittel nur benachbart zu der Oberfläche des Gegenstandes um. Dies führt zu einer Art "Gehäusehärtung" mit einem weichen, nicht verfestigten Kern. Dies wurde verwendet zur Herstellung von großen Blöcken von immobilisiertem Kohlenstoff.

K. Erzwungene Punktbindung

Die folgenden Beispiele erläutern den Aspekt der Erfindung, bei dem Produkte mit erzwungener punktförmiger Bindung erhalten werden mit den für das CWM-Verfahren verwendeten Bedingungen.

B e i s p i e l 39

Pulverförmige Aktivkohle (Calgon Corporation) mit einer Meshgröße von 80 bis 325 Mesh wurde in der Kugelmühle vermahlen mit 7,5 Gew.-% FE532 EVA Bindemittel, um eine gleichförmige Mischung herzustellen, die bei einem Druck von 68,95 bar (1.000 psi) und einer Temperatur von 210°C geformt wurde. Strukturen mit einem Durchmesser von 7,3 cm (2,875 inch) mit einem hohlen Kern von 1,27 cm (0,50 inch) und einer Tiefe von 20,32 cm (8,00 inch) wurden in zylindrischen Hohlräumen ohne Schwierigkeit geformt und die entstehenden Hohlzylinder aus immobilisiertem pulverförmigem Kohlenstoff waren gleichmäßig, fest und behielten die gewünschte Adsorptionskapazität. Der angewendete Druck liegt in diesem Fall allgemein unter dem Optimum, das erforderlich ist, einen erheblichen Anteil der kontinuierlichen polymeren Phase zu erzeugen.

Die Untersuchung unter einem Mikroskop bestätigt, daß die Herstellung einer kontinuierlichen Polymerphase innerhalb dieser Mischung bei diesem Druck sehr begrenzt war und die Bindung der einzelnen Teilchen das Ergebnis einer starken erzwungenen punktförmigen Bindung zu sein scheint. Der geringere Druck, der zur Bildung der geformten Aktivkohle angewendet wurde, ist wünschenswert, wenn dieses empfindlichere Material behandelt wird. Die Verwendung von Temperaturen außerhalb denen, die für das CWM-Verfahren erforderlich sind, führte zu einem vollständigen Verlust der

Bindung. Man kann eine punktförmige Bindung bestimmter Strukturen erzwingen unter Verwendung von Drücken im unteren Bereich, der zur Bildung der üblichen kontinuierlichen Bindemittelharzphase erforderlich ist, wenn die angewendete Temperatur und Scherspannung in dem für das CWM-Verfahren angegebenen Bereich gehalten werden. Die Verwendung dieses Verfahrens zur erzwungenen punktförmigen Bindung bei hoher Temperatur und geringerem Druck ist annehmbar für Teilchen, die wesentlich weichere oder schwächere Strukturen haben und bei denen ein beträchtliches Zerbrechen dieser Teilchen resultieren könnte, wenn die Drücke verwendet würden, die sich für das CWM-Verfahren als optimal erwiesen haben.

B e i s p i e l 40

Tests, ähnlich denen, die im Beispiel 39 beschrieben wurden, für die erzwungene punktförmige Bindung von pulverförmiger Aktivkohle wurden wiederholt unter Verwendung von körniger Aktivkohle. Verschiedene Qualitäten von Aktivkohle, einschließlich körniger Materialien mit 12 bis 30 und 20 bis 50 Mesh aus Fettkohle (Calgon Corporation) und aus Kokosnußschalen (Westates Corporation) wurden getestet, um FPB-Strukturen herzustellen. In allen Fällen erforderte die Verwendung von FE532 EVA Bindemittel eine Sequenz des Vorerhitzens und die anschließende Anwendung von intensiver Scherung und intensivem Druck, um eine Verbindung zu erreichen. Die erforderlichen Temperaturen waren typisch für die CWM-Verarbeitung (190 bis 210°C), aber die angewendeten Drücke von nur 68,95 bar (1.000 psi) konnten die geeignete punktförmige Bindung liefern.

Die Bindung von pulverförmiger (80 bis 325 Mesh) Aktivkohle ist allgemein nicht möglich bei den von Degen und Gsell im vorher erwähnten US-Patent US-A-4,664,683 vorgeschlagenen Bedingungen und es wird nur Aktivkohle mit grober Qualität offenbart. Die angewendeten Temperaturen, Drücke, Reihenfolge der Verfahrensstufen und der Grad der angewendeten Scherung bei voller Temperatur liegen vollständig außerhalb der erfindungsgemäß verwendeten Parameter. Außerdem läßt die Erfindung zu, daß relativ große und tiefe Strukturen frei mit hoher Geschwindigkeit geformt werden, während dies bei dem Verfahren von Degen et al. unmöglich wäre. Die Geschwindigkeit der Ausführungsform mit der erzwungenen punktförmigen Bindung ist im wesentlichen die gleiche wie die des CWM-Verfahrens, die

eine Verarbeitung einer Probe innerhalb von Sekunden oder Bruchteilen von Sekunden und unter Verwendung üblicher Kunststoff-Formgebungsanlagen zuläßt, was bei Verwendung des Verfahrens von Degen et al. unmöglich ist.

Ein einfaches Verfahren zur Bestimmung der Struktur eines mit dem CWM-Verfahren hergestellten Verbundmaterials besteht darin, Belastung durch Schneiden, Ziehen oder wiederholtes Zusammendrücken und Dekomprimieren einer Probe auszuüben. Das Ergebnis ist die Umwandlung der kontinuierlichen Bindemittelphase in sichtbare Fasern. Solche Fasern werden bei punktförmig gebundenen Strukturen nicht spontan gebildet, die solchen Belastungen ausgesetzt werden. Sie bilden sich auch nicht, wenn das Bindemittelharz von solcher Art ist, die der Bildung von Fasern widersteht.

L. Nicht zerfasernde Bindemittel

B e i s p i e l 41

Das CWM- und FPB-Verfahren kann für Polymere angewendet werden, von denen gezeigt wurde, daß sie einer Umwandlung widerstehen, wenn sie in ein CWM-Verbundmaterial eingearbeitet werden. Zum Beispiel wurde gezeigt, daß ein von Mitsubishi Chemical of Japan geliefertes Acrylharz (Microspheres M und M-100) die übliche kontinuierliche Polymerstruktur bildet, die charakteristisch ist für das CWM-Verfahren, aber einer Umwandlung in Fasern widersteht, wenn sie einer Belastung ausgesetzt wird. Es ist wahrscheinlich, daß dieses Material nicht in Fasern umgewandelt werden kann, wegen seiner amorphen Struktur im Gegensatz zu kristallinen Polymeren, von denen alle, die getestet wurden, durch angewendete Belastung in Fasern umgewandelt wurden. Jedoch zeigte ein Testen von Formulierungen, die aus 5 Gew.-% Microspheres M vermischt mit pulverförmigem rostfreiem Stahl (rostfreie Stahlliegierung 304, 100 bis 325 Mesh, Hoganeas Corporation) bestand, daß eine starke und spröde, nicht zerfaserte CWM-Struktur erzeugt werden konnte, wenn Drücke und Temperaturen innerhalb des gewöhnlichen CWM-Bereiches verwendet wurden, d.h. 413,7 bar (6.000 psi) und 350 bis 400°C, mit der gewöhnlichen Reihenfolge von Erhitzen und anschließender Anwendung von intensivem Druck und Scherspannung.

Ähnliche Ergebnisse wurden beobachtet, wenn 5 Gew.-% Nylon 6/6 6/12 Caprolactam H005 080N, geliefert von Atochem Corporation, mit auf 100 bis 325 Mesh gepulvertem rostfreiem Legierungsstahl 304 vermischt wurden. Obwohl dieses teilchenförmige Verbundmaterial nicht in Fasern umgewandelt

werden konnte durch angewendete Belastung, wurde eine normale kontinuierliche Polymerbahn gebildet bei Temperaturen im Bereich von 200 bis 400°C und bei Drücken von bis zu 551,6 bar (8.000 psi). Die entstehende Mischung aus Harz-rostoffreiem Stahl konnte dazu gebracht werden, eine starke CWM-Struktur bei Standardtemperaturen und Drücken, die für die CWM-Verarbeitung erforderlich sind, zu erzeugen, d.h. 300°C und 413,7 bar (6.000 psi), und CWM-artige Strukturen konnten nicht erreicht werden bei Temperaturen oder Drücken außerhalb der für das CWM-Verfahren angegebenen.

M. Walzenverdichtung von nicht funktionalisierten Absorbensharzen

B e i s p i e l 42

Proben von nicht funktionalisiertem adsorbierendem Harz XAD-16 (Rohm & Haas, Philadelphia, PA) wurden mit FE-532 Harz vermischt, aber solche Mischungen waren nicht stabil. Die Zugabe von pulverförmigem rostfreiem Stahl änderte diese Instabilität nicht wesentlich, was zur Trennung der Pulver führte, wenn sie vermischt wurden. XAD-16 Harz wurde mit einer verdünnten Lösung eines nichtionischen Tensids behandelt und an der Luft trocknen gelassen. Wenn es wiederum mit FE-532 Harz und rostfreiem Stahl vermischt wurde, wurden stabile Mischungen erhältlich und das Material konnte sowohl durch Formpressen als auch Walzenverdichtung zu Pellets und Folien verarbeitet werden.

Es scheint, daß der glatte hydrophobe Charakter des XAD-16 Harzes die Bildung einer stabilen Mischung mit den FE-532-Bindemittelteilchen verhindert. Um dieses Problem zu überwinden, ist eine Behandlung erforderlich, um eine hydrophilere Oberfläche zu erhalten.

N. Extrudierte Strukturen

B e i s p i e l 43

Eine Mischung, die aus 9 % FN-510-Polyethylenbindemittelharz (Quantum Chemicals) und 91 % 80 x 325 Mesh Aktivkohlepulver mit TOG-Qualität (Calgon Carbon Corporation) bestand, wurde hergestellt durch Vermahlen in der Kugelmühle, wie in Beispiel 17 beschrieben. Die Mischung wurde in einen Extruder mit 6,35 cm (2,5 inch) O.D., Verhältnis 10:1, der mit einer schneckenbohrerartigen Schnecke ausgestattet war, die in einem beheizten Zylinder mit zwei Zonen betrieben wurde, geleitet. Der Beschickungsbereich des Extruders wurde nicht gekühlt. Zone 1 des Zylinders wurde auf 51,67°C (125°F) und Zone 2 auf 76,67°C (170°F) gehalten. Mit dem Extruder war eine

ringförmige Düse mit 6,1 cm (2,4 inch) O.D. mit einer beheizten Zone und einer mit Wasser gekühlten Mantelzone verbunden. Die 25 cm (10 inch) lange beheizte Zone wurde auf 170 bis 210°C gehalten, während die 10 cm (4 inch) lange mit Wasser gekühlte Mantelzone auf 50 bis 60°C gehalten wurde. Pulver wurde mit 5 Upm mit der Schnecke, die in einer 1,9 cm (0,75 inch) langen Schneckenverlängerung endete, in die Düse geführt. Unter diesen Bedingungen wurde ein vollständiges verfestigtes extrudiertes Rohr aus immobilisiertem Kohlenstoffpulver in kontinuierlicher Weise erzeugt.

B e i s p i e l 44

Unter Verwendung des Verfahrens von Beispiel 43 wurde eine Mischung aus 80 % anionischem und kationischem Ionenaustauschharz (Graver Chemical Company), 15 Gew.-% FE-532 und 5 % Acrylfasern hergestellt. Diese Mischung wurde unter Verwendung des in Beispiel 43 ausgeführten Extrusionsverfahrens verarbeitet mit einer Temperatur in Zone 1 des Zylinders von 48,9°C (120°F) und in Zone 2 von 71,1°C (160°F) und einer Temperatur in der beheizten Zone der Düse von 150°C und einer Temperatur in der Kühlzone von 50°C. Ein kontinuierliches, poröses, pulverförmiges Ionenaustauschharz-Verbundrohr wurde kontinuierlich mit diesem Verfahren hergestellt.

B e i s p i e l 45

Unter Verwendung von intensivem Mischen wurde eine Mischung aus 85 % Acrylfaser und 15 % FN-510-Bindemittel hergestellt. Diese Mischung wurde unter Verwendung des in Beispiel 43 beschriebenen Extruders verarbeitet, wobei die Zone 1 des Zylinders auf 48,9°C (120°F), Zone 2 auf 71,1°C (160°F), die beheizte Zone der Düse auf 150°C und die Kühlzone der Düse auf 50°C gehalten wurde. Eine kontinuierliche poröse Struktur wurde unter diesen Bedingungen hergestellt.

Die Verbundprodukte, die durch erzwungene punktförmige Bindung oder mit nicht zerfasernden CWM-Strukturen gemäß der vorliegenden Erfindung hergestellt werden, sind ziemlich verschieden von den punktförmig gebundenen Produkten des vorher erwähnten Patentes von Degen et al. Die Verbundmaterialien, die erfindungsgemäß hergestellt werden, haben eine höhere Dichte, als die mit niedrigen Temperaturen und einen geringen Verdichtungsgrad, wie in dem Patent von Degen et al. beschrieben, hergestellten. Außerdem werden die erfindungsgemäßen Verbundprodukte mit

erzwungener punktförmiger Bindung mit einer geschmolzenen und wieder verfestigten Bindemittelmatrix gebildet. Bei Degen et al. erweichen die Bindemittelteilchen nur und schmelzen und verfestigen sich nie, wodurch eine ganz andere schwächere Verbundstruktur mit geringerer Dichte erzeugt wird, die punktförmige Bindungen von Bindemittelteilchen aufweist.

Die Strukturen, die erfindungsgemäß gebildet werden, haben ein einzigartiges Aussehen bei einer Betrachtung unter dem Mikroskop und sie haben ungewöhnliche physikalische Eigenschaften, die vollständig verschieden sind von Strukturen, die keine kontinuierliche Bindemittelpolymerstrukturphase haben. Die CWM-Strukturen reagieren in einzigartiger Weise auf Belastung unter Bildung einer dichten Masse von Fasern innerhalb des Verbundmaterials bei Raumtemperatur, wenn das Bindemittel kristallin ist. FPB-Materialien sind wesentlich fester als Materialien, die bei niedrigem Druck und niedrigen Scherbedingungen und bei niedrigeren Temperaturen gebunden wurden. Es hat sich als kritisch erwiesen, daß die Teilchenmatrix vor der Anwendung von Spannung und Druck vollständig vorerhitzt wird.

Das in den vorhergehenden Beispielen angewendete FE532-Alkylen-Vinyl-Copolymer ist ein Kunststoffpulver, 90 % Ethylen, 10 % Vinylacetatcopolymer, erhältlich von Quantum Chemical Co. Ein solches Polymer hat im allgemeinen eine Dichte von etwa $0,928 \text{ g/cm}^3$ und einen Schmelzindex von etwa 9 g/10 min, eine durchschnittliche Teilchengröße von weniger als 20 μm und einen Vicat-Erweichungspunkt von 75°C .

In einigen der vorhergehenden Beispiele hatten die erzeugten Produkte nicht die optimale Qualität oder die optimalen Eigenschaften. Es ist jedoch zu erkennen, daß solche Produkte für die angegebenen Zwecke immer noch nützlich waren. Es kann sein, daß für andere vorgesehene Verwendungen solche Produkte eine hohe Qualität haben und alle erwünschten Eigenschaften besitzen.

Es wird angenommen, daß die vielen Vorteile der Erfindung dem Fachmann auf diesem Gebiet klar geworden sind. Es ist auch offensichtlich, daß eine Anzahl von Variationen und Modifikationen gemacht werden können, ohne vom Schutzbereich abzuweichen. Daher ist die vorhergehende Beschreibung nur erläuternd und nicht beschränkend. Die Erfindung wird nur durch den Schutzbereich der folgenden Ansprüche beschränkt.

P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Verfahren zur Herstellung von Verbundmaterial umfassend, daß man eine Mischung aus teilchenförmigen Materialien mit verschiedenen Erweichungstemperaturen erwärmt, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß man eine im wesentlichen gleichförmige Mischung aus mindestens 3 Gew.-% eines Bindemittelmaterials in Form von Teilchen mit einem Durchmesser zwischen 0,1 und 150 μm und einem Grundmaterial mit einer Erweichungstemperatur, die wesentlich höher ist als die Erweichungstemperatur des Bindemittelmaterials, in Form von Teilchen (10 oder 16) mit einem Durchmesser zwischen 0,1 und 3000 μm , bildet;
die im wesentlichen gleichförmige Mischung in Abwesenheit von solchem Druck oder solcher Scherspannung, die ausreichen, die Bindemittelteilchen in eine kontinuierliche Phase umzuwandeln, auf eine Temperatur erwärmt, die wesentlich über der Erweichungstemperatur des Bindemittelmaterials, aber unter der Erweichungstemperatur des Grundmaterials liegt;
auf die erwärmte Mischung ausreichend Druck und Scherspannung ausübt, daß entweder zumindest ein Teil der Bindemittelmaterialteilchen im wesentlichen sofort in eine im wesentlichen kontinuierliche Bahnstruktur (12) umgewandelt wird oder die Teilchen des Grundmaterials durch das Bindemittelmaterial punktförmig gebunden werden und
im wesentlichen sofort danach schnell die unter Druck gesetzte Mischung unter die Erweichungstemperatur des Bindemittelmaterials abkühlt und dadurch das umgewandelte Bindemittelmaterial in der Struktur als kontinuierliche Bahn oder punktförmig gebunden bewahrt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, worin die Mischung 3 bis 30 Gew.-%, bevorzugt 4 bis 8 Gew.-% Bindemittelmaterial umfaßt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder Anspruch 2, worin die im wesentlichen gleichförmige Mischung auf eine Temperatur, die mindestens 25°C, bevorzugt mindestens 50°C über der Erweichungstemperatur des Bindemittelmaterials liegt, erwärmt wird.
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, worin Druck und Scherspannung in einem Extrusions- oder Formpressverfahren angewendet werden.
5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, das in einer Extrusionsdüse durchgeführt wird, wobei eine Strangpressenschnecke die im wesentlichen gleichförmige Mischung im wesentlichen ohne Erhitzung in einen ersten Bereich der Düse transportiert, wo die Mischung einer Erwärmung und ausreichendem Druck und ausreichender Scherspannung unterzogen wird, und wobei das entstehende Produkt in einen zweiten Bereich der Düse eintritt, wo das Produkt tiefgezogen und intensiv gekühlt wird.
6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, worin der Druck und die Scherspannung die Bildung der kontinuierlichen Bahn (12) verursachen und das zusätzlich umfaßt, daß man auf das gekühlte Produkt eine Spannung ausübt, wodurch mindestens ein Teil der kontinuierlichen Bahn in Fasern (14 oder 18) umgewandelt wird.
7. Verfahren nach Anspruch 6, worin der Druck, der auf die erwärmte Mischung ausgeübt wird, mindestens 34,45 bar (500 psi) ist.

8. Verfahren nach Anspruch 7, worin der angewendete Druck mindestens 413,7 bar (6000 psi) ist.
9. Verfahren nach Anspruch 6, worin die im wesentlichen gleichförmige Mischung auf eine Temperatur erwärmt wird, die nicht höher ist als 100°C oberhalb der Erweichungstemperatur des Bindemittelmaterials und der auf die erwärmte Mischung angewendete Druck mindestens 275,8 bar (4000 psi) ist.
10. Verfahren nach Anspruch 5, worin Druck und Scherspannung eine punktförmige Bindung verursachen und der auf die erwärmte Mischung angewendete Druck 34,45 bar (500 psi) bis 413,7 bar (6000 psi) ist.
11. Verfahren nach Anspruch 10, worin der angewendete Druck 34,45 bar (500 psi) bis 68,9 bar (1000 psi) ist.
12. Verfahren nach Anspruch 10 oder Anspruch 11, worin das Bindemittelmaterial ein Harz ist, das gegenüber einer Umwandlung beständig ist.
13. Verfahren nach Anspruch 12, worin das Bindemittelmaterial ein Acryl- oder Polyamidharz ist.
14. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, worin das Bindemittelmaterial ein amorphes oder nicht kristallines Polymer ist, vorzugsweise ausgewählt aus Polystyrolen, Acrylnitril-Styrol-Copolymeren und Styrol-Butadien-Copolymeren.
15. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 13, worin das Bindemittelmaterial ein kristallines, thermoplastisches oder kristallin-thermoplastisches Polymer ist.

16. Verfahren nach Anspruch 15, worin das Bindemittelmaterial ein kristallin-thermoplastisches Polymer ist ausgewählt aus Polyolefinen, Polyvinylen, Polyvinylestern, Polyvinylethern, Polyvinylsulfaten, Polyvinylphosphaten, Polyvinylaminen, Polyoxadiazolen, Polytriazolen, Polycarbodiimiden, Ethylen-Vinylacetat-Copolymeren, Polysulfonen, Polycarbonaten, Polyethern, Polyarylenoxiden und Polyestern.
17. Verfahren nach Anspruch 16, worin das Bindemittelmaterial Polyethylen, Polypropylen, Poly-1-buten, Poly-4-methyl-1-penten, Polyvinylchlorid, Polyvinylfluorid, Polyvinylidenchlorid, Polyvinylacetat, Polyvinylpropionat, Polyvinylpyrrolidon, Polysulfon, Polycarbonat, Polyethylenoxid, Polymethylenoxid, Polypropylenoxid, Polyarylat, Polyethylenterephthalat oder Polyimid ist.
18. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, worin das Grundmaterial Siliciumdioxid, Silicagel und/oder Ionenaustauschharz umfaßt.
19. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, worin das Grundmaterial organische Fasern umfaßt.
20. Verfahren nach Anspruch 19, worin das Grundmaterial Cellulose oder Acrylfasern umfaßt.
21. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, worin das Grundmaterial Diatomeenerde, Sägemehl oder Sand umfaßt.
22. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, worin das Grundmaterial ein Schleifmittel, bevorzugt Glas, umfaßt.

23. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, worin das Grundmaterial ein Polyketon umfaßt.
24. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, worin das Grundmaterial Kohlenstoff oder Aktivkohle umfaßt.
25. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, worin das Grundmaterial ein Metall, vorzugsweise ein ferromagnetisches Metall, z. B. rostfreien Stahl umfaßt.
26. Verfahren nach Anspruch 25, worin Druck und Scherspannung auf die im wesentlichen gleichförmige Mischung in einem Walzenverdichter ausgeübt werden.
27. Verfahren nach Anspruch 25 oder Anspruch 26, das zusätzlich umfaßt, daß man das gekühlte Verbundmaterial durch Erwärmen sintert, wodurch das Bindemittelmaterial im wesentlichen entfernt wird.
28. Verfahren nach Anspruch 27, das zusätzlich umfaßt, daß man vor oder nach dem Sintern ein komplexes Material aus einer Vielzahl von Schichten aus dem Verbundmaterial bildet.
29. Verfahren nach Anspruch 28, worin die durchschnittliche Teilchengröße der Grundmaterialteilchen in mindestens einer Schicht sich von der durchschnittlichen Teilchengröße der Grundmaterialteilchen in mindestens einer anderen Schicht unterscheidet.
30. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, worin das Grundmaterial mindestens zwei Materialien umfaßt, die normalerweise inkompatibel sind, von denen eines oder beide ferromagnetisches Material und/oder Ionenaustauschmaterial ist/sind.

31. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, das zusätzlich umfaßt, daß man das Verbundmaterial granuliert.
32. Verbundzusammensetzung, umfassend eine Matrix aus teilchenförmigen Materialien mit verschiedenen Erweichungstemperaturen, wobei die Matrix ein im wesentlichen kontinuierliches Bindemittelmateriale umfaßt, das Teilchen aus einem Grundmaterial (10 oder 16) trägt und umgibt, die in Form einer gleichförmigen Matrix vorliegen, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß das Bindemittel aus einem Bindemittelmateriale erhältlich ist, das im wesentlichen unter normalen Bedingungen nicht zu Mikrofasern mit einem Durchmesser von weniger als 10 μm bei Raumtemperatur gespleißt werden kann und eine Erweichungstemperatur hat, die wesentlich unter der Erweichungstemperatur der Grundmaterialteilchen liegt, so daß beim Erwärmen einer im wesentlichen gleichförmigen Mischung aus Bindemittel und Grundmaterial auf eine Temperatur oberhalb der Erweichungstemperatur des Bindemittelmateriale aber unterhalb der des Grundmaterials nur das Bindemittelmateriale in eine kontinuierliche Phase umgewandelt wird und daß das kontinuierliche Bindemittelmateriale als verdünntes Material innerhalb der Poren zwischen den Grundmaterialteilchen vorhanden ist, wobei der Rest des Porenvolumens leer ist und kontinuierlich oder diskontinuierlich ist.

33. Zusammensetzung umfassend eine Matrix aus teilchenförmigen Materialien mit verschiedenen Erweichungstemperaturen, die erhältlich ist mit einem Verfahren, wie in Anspruch 1 definiert, mit Teilchen aus einem Grundmaterial (10 oder 16) in Form einer gleichförmigen Matrix, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß geschmolzenes und wieder verfestigtes Bindemittelmaterial in äußeren Hohlräumen auf der Oberfläche der Grundmaterialteilchen vorhanden ist zur punktförmigen Verbindung zwischen solchen Teilchen, wobei das Bindemittelmaterial eine Erweichungstemperatur hat, die wesentlich unter der Erweichungstemperatur der Grundmaterialteilchen liegt, so daß beim Erwärmen einer im wesentlichen gleichförmigen Mischung aus Bindemittel und Grundmaterial auf eine Temperatur oberhalb der Erweichungstemperatur des Bindemittelmaterials aber unterhalb der des Grundmaterials nur das Bindemittelmaterial in eine kontinuierliche Phase umgewandelt wird.
34. Zusammensetzung nach Anspruch 32, die 3 bis 30 Gew.-%, bevorzugt 4 bis 8 Gew.-% Bindemittelmaterial umfaßt.
35. Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 32 bis 34, worin das Bindemittelmaterial ein amorphes oder nicht kristallines Polymer oder ein kristallines, thermoplastisches oder kristallin-thermoplastisches Polymer ist.
36. Zusammensetzung nach Anspruch 33, worin das Bindemittelmaterial ein Harz ist, das beständig ist gegenüber einer Umwandlung in Fasern; ein amorphes oder nicht kristallines thermoplastisches Polymer ist oder ein kristallines, thermoplastisches oder kristallin-thermoplastisches Polymer ist.

37. Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 32 bis 36, worin das Grundmaterial ausgewählt ist aus Siliciumdioxid, Silicagel und/oder einem Ionenaustauschharz; organischen Fasern, bevorzugt Cellulose- oder Acrylfasern; Diatomeenerde, Sägemehl oder Sand; einem Schleifmittel, bevorzugt Glas; einem Polyketon; Kohlenstoff oder Aktivkohle; einem Metall, bevorzugt einem ferromagnetischen Metall; oder einer Mischung davon, die bevorzugt mindestens zwei Materialien umfaßt, die inkompatibel sind, von denen eines oder beide ferromagnetisches Material und/oder Ionenaustauschharz ist/sind.
38. Zusammensetzung nach einem der Ansprüche 32 bis 37, die eine Vielzahl von Schichten umfaßt, wobei die durchschnittliche Teilchengröße der Grundmaterialteilchen in mindestens einer Schicht sich von der in mindestens einer anderen Schicht unterscheidet.

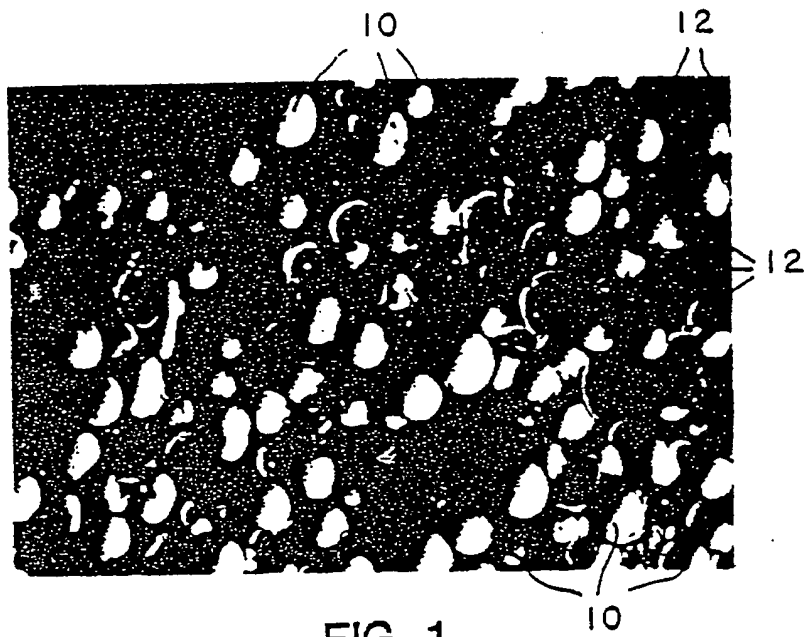


FIG. 1

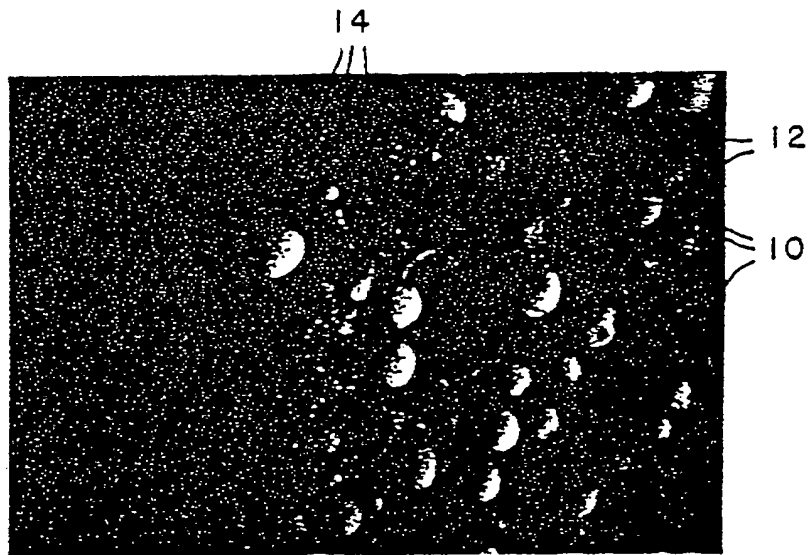


FIG. 2



FIG. 3

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☒ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.